

THÈSE

DE DOCTORAT D'ÉTAT ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS

PAR

Claude BREHM

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

SUJET DE LA THÈSE :

Contribution à l'étude de la déformation plastique du titane et du zirconium

Soutenue le 16 avril 1970 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON

Président

P. LACOMBE

J. OUDAR

P. LEHR

Examineurs

T H È S E
DE DOCTORAT D'ÉTAT ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS

P A R

Claude BREHM

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

SUJET DE LA THÈSE :

Contribution
à l'étude de la déformation plastique
du titane et du zirconium

Soutenue le 16 avril 1970 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON

Président

P. LACOMBE

J. OUDAR

P. LEHR

}
Examineurs



Nous prions M. le Professeur Georges CHAUDRON, membre de l'Institut, directeur honoraire du Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique, de bien vouloir agréer l'expression de notre profonde et respectueuse gratitude pour l'orientation qu'il a donnée à nos travaux et pour l'intérêt constant qu'il a porté à nos recherches.

Nous adressons nos remerciements respectueux à M. le Professeur André MICHEL, directeur du Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique, qui nous a fait l'honneur de nous accueillir et qui n'a cessé de nous accorder sa bienveillance.

Nous exprimons tout particulièrement notre sincère reconnaissance à M. Pierre LEHR, directeur de Recherche au C.N.R.S., qui a assuré la direction de cette recherche et nous a fait bénéficier de son aide constante, ainsi que de ses précieux conseils.

Nous remercions tous nos collègues du Laboratoire de Vitry pour leur amicale et fructueuse collaboration; plus particulièrement Mme J. RZEPSKI, qui nous a initié et guidé dans le domaine de la microscopie électronique, ainsi que M. J.-P. GUÉRILLON et Mlle A. QUIVY.

Nous voulons enfin exprimer notre reconnaissance au Commissariat à l'Energie Atomique qui a bien voulu nous accorder une bourse de thèse pour effectuer ce travail.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550208_0011

A MES PARENTS

SOMMAIRE

INTRODUCTION.

CHAPITRE PREMIER

RESTAURATION ET RECRISTALLISATION DU TITANE ECROUI.

1. Introduction.
2. Matériaux utilisés.
3. Propriétés mécaniques et électriques.
4. Restauration et recristallisation du zirconium et du titane écrouis.
5. Croissance du grain.

CHAPITRE II

CRISTALLOGRAPHIE DE LA DEFORMATION PLASTIQUE DE MONOCRISTAUX DE TITANE.

1. Déformation plastique des métaux hexagonaux.
 - 1.1. Modes de glissement des métaux hexagonaux.
 - 1.1. - 1) Critère d'espacement.
 - 1.1. - 2) Critères énergétiques, anisotropie élastique du réseau hexagonal.
 - 1.1. - 3) Critère basé sur l'énergie de défauts d'empilement.
 - 1.2. Déformation par macles.
2. Méthode de préparation de monocristaux de titane.
3. Résultats. Cristallographie de la déformation de monocristaux de titane.
 - 3.1. Glissement prismatique.
 - 3.2. Glissement basal.
 - 3.3. Déformation par macles.

CHAPITRE III

DYNAMIQUE DU GLISSEMENT PRISMATIQUE DANS LES MONOCRISTAUX DE TITANE.

1. Contrainte critique de cisaillement à température ambiante. Durcissement par traction.
2. Influence de la température et de la vitesse de traction sur la dynamique du glissement.
3. Equations de la déformation.
 - 3.1. Modèles physiques et mathématiques.
 - 3.1. - 1) Calcul du volume d'activation.
 - 3.1. - 2) Calcul de l'enthalpie d'activation.

3.2. Application du modèle.

3.2. - 1) Volume d'activation.

3.2. - 2) Enthalpie d'activation.

3.3. Discussion.

CHAPITRE IV

DEFORMATION PAR TRACTION DU ZIRCONIUM ET DU TITANE POLYCRISTALLINS A DIFFERENTES TEMPERATURES.

1. Conditions opératoires.
2. Textures de déformation et de recristallisation.
3. Résultats concernant les essais de traction.
 - 3.1. Essais à température ambiante 293 K.
 - 3.2. Essais de traction à températures supérieures à l'ambiante.
 - 3.3. Essais de traction à basse température.
 - 3.4. Regroupement des résultats.
4. Influence de la pureté sur les caractéristiques mécaniques du titane.
5. Seission critique pour le glissement prismatique.

CHAPITRE V

ETUDE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION DE LA STRUCTURE ECROUIE DU ZIRCONIUM ET DU TITANE.

1. Introduction.
2. Accroissement de la résistivité électrique résiduelle au cours de l'écrouissage.
3. Structures d'écrouissage. Examen au microscope électronique en transmission.
 - 3.1. Méthodes d'amincissement.
 - 3.1. - 1) Cas du zirconium.
 - 3.1. - 2) Cas du titane.
 - 3.2. Observations au microscope électronique de la structure écrouie.
 - 3.3. Détermination des densités de dislocations.
4. Relation entre la contrainte de déformation et la densité de dislocations.
5. Déformation du titane par laminage.

CONCLUSION.

INTRODUCTION

Au cours des vingt dernières années, les métallurgies du titane et du zirconium se sont considérablement développées et les applications industrielles de ces deux métaux ont pris une importance croissante.

L'intérêt du titane résulte essentiellement de sa densité relativement faible (4,5). Sous forme de métal non allié ou sous forme d'alliages à caractéristiques mécaniques supérieures, il trouve son emploi principal dans tous les domaines où l'on recherche un allègement des structures, c'est-à-dire essentiellement les domaines de l'aéronautique et de l'espace. Sa résistance mécanique élevée à chaud, sa bonne tenue à l'oxydation en font un matériau tout indiqué pour de telles applications.

L'importance pratique du zirconium découle de sa faible section de capture des neutrons thermiques (0,18 barns). Cette qualité jointe à une bonne résistance à la corrosion à chaud dans l'eau bouillante ou pressurisée, ou dans le gaz carbonique, jointe également à de bonnes caractéristiques mécaniques, en font un élément de choix comme matériau de gainage pour les combustibles nucléaires ou comme matériau de structure dans les réacteurs nucléaires.

Notre objectif était d'apporter, par ce travail de thèse, une contribution à l'étude de la déformation plastique du titane et du zirconium et d'effectuer une comparaison entre leurs comportements mécaniques.

Ces deux métaux appartiennent, en effet, au même groupe IV_A de la classification périodique des éléments. Leurs structures sont identiques, hexagonales compactes, avec des rapports c/a , très voisins et inférieurs à la valeur idéale 1,633, correspondant à un empilement compact de sphères rigides. Du point de vue plasticité, leur comportement se distingue nettement de celui de la plupart des autres métaux hexagonaux. C'est ainsi que le glissement cristallographique s'effectue principalement le long des plans prismatiques et non pas selon le plan de base. Ces métaux présentent en outre de nombreuses possibilités de maclage. De la pluralité de ces modes de déformation, résulte une plasticité élevée, qui se conserve même aux très basses températures.

Dans notre travail, nous avons cherché à étudier ces métaux dans un état de pureté aussi grand que possible. Mais notre souci a été également de comparer le comportement de matériau de pureté élevée à celui de métaux de qualité industrielle. Dans notre premier chapitre, nous regroupons quelques caractéristiques physiques et mécaniques des différentes nuances de matériau utilisées, ainsi que leurs analyses chimiques. Nous y présenterons également les résultats d'une étude de la restauration et de la recristallisation du titane écroui par laminage.

— Dans le cas du titane, peu de recherches ont été consacrées à l'étude de monocristaux, étant donné la difficulté de leur préparation. Nous avons pu mettre au point une méthode d'élaboration de monocristaux de titane, ce qui nous a permis d'étudier leur comportement au cours d'une déformation par traction. Nous présenterons dans le chapitre II l'aspect cristallographique de la déformation de monocristaux de titane à température ambiante. Nous montrerons la compétition qui peut exister entre les principaux modes de déformation, tels que le glissement prismatique et le maclage.

— Le chapitre III sera consacré à l'étude de monocristaux dont la déformation plastique s'effectue uniquement par glissement prismatique : les essais de traction effectués dans ce cas, à différentes vitesses et à différentes températures nous ont permis d'analyser la dynamique du glissement prismatique et de mettre en évidence le rôle fondamental joué par les interactions entre les dislocations mobiles et les impuretés interstitielles en solution dans le métal.

— Le chapitre IV concerne la déformation par traction d'éprouvettes polycristallines de titane et de zirconium. Etant donné que nous opérons sur des éprouvettes prélevées dans des tôles laminées et recuites, il était nécessaire de faire une analyse préalable des textures de laminage et de recristallisation. Nous mettrons en évidence l'anisotropie mécanique qui résulte de l'existence de telles orientations préférentielles. Les caractéristiques mécaniques ont été suivies entre la température de l'azote liquide (77 K) et la température de 473 K.

Enfin, le but de notre dernier chapitre (chapitre V) sera d'apporter des compléments d'information à l'étude de la déformation du zirconium et du titane, notamment grâce à l'emploi de la microscopie électronique en transmission sur lames minces, technique qui, jusqu'à présent, n'avait été que peu appliquée à l'étude de ces métaux. Cette méthode nous a permis d'analyser l'évolution structurale de ces métaux au cours de la déformation, d'étudier la répartition et la densité des dislocations introduites par écrouissage.

Enfin, nous avons cherché à relier l'augmentation de la densité des dislocations créées, aux variations d'autres grandeurs caractéristiques, telles que la résistivité électrique à basses températures, l'allongement rationnel et la contrainte de traction.

CHAPITRE I

Restauration et recristallisation du titane écroui

1. — INTRODUCTION

Notre but est, tout d'abord, de regrouper dans ce premier chapitre, quelques caractéristiques des deux matériaux utilisés : les analyses chimiques du zirconium et du titane, ainsi que les propriétés mécaniques en traction de ces matériaux à l'état laminé et recuit.

La résistivité électrique à basse température a été utilisée en tant que critère caractérisant la pureté globale des diverses nuances de ces métaux.

Enfin, nous présenterons également dans ce chapitre les résultats d'une étude de la restauration et de la recristallisation du titane écroui par laminage.

2. — MATÉRIAUX UTILISÉS

Le zirconium est un métal Van Arkel de haute pureté de titre 99,985 %, dont l'analyse est donnée dans le tableau I.

TABLEAU I

Analyse du zirconium
(teneurs exprimées en parties par million)

O : 20	N : 13	H : 5	
Hf : 75	Fe : 12	Al : 5	C < 50

Les éléments Ca, Cd, Cr, Co, Mn, Mo, Ni, W, V, Cl, Br et I sont à des teneurs inférieures à 1 ppm. Dans le cas du titane, nous disposons de deux nuances de titane commercial. Ces matériaux ont été élaborés par le procédé Kroll dont l'opération fondamentale est la réduction du tétrachlorure de titane $TiCl_4$ par le Mg :



L'éponge résultant de cette réduction est fondue au four à arc à électrodes consommables. Les deux nuances que nous avons utilisées correspondent aux désignations commerciales T_{40} et T_{35} . Elles seront représentées dans notre texte respectivement par les références (A*) et (A). Ces deux nuances présentent des teneurs en éléments d'insertion O, N, C relativement élevées.

D'autre part, nous avons également utilisé un titane plus pur, élaboré par électrolyse en bains de sels fondus. Les cristaux déposés par cette méthode furent refondus sous vide élevé par bombardements d'électrons. Deux qualités de titane ont été ainsi obtenues désignées respectivement par les lettres B et C. La nuance C qui a fait l'objet de soins plus particuliers au cours de la fusion par bombardement d'électrons possède un degré de pureté plus élevé que la nuance B.

Le tableau II regroupe les analyses de ces quatre nuances A*, A, B et C, classés dans l'ordre de leur pureté croissante.

TABLEAU II

Analyses du titane
(teneurs exprimées en parties par million)

	A* (T_{40})	A (T_{35})	B	C
O	700	500	320	130
N	190	40	15	84
C	150	150	210	160
Si	200	< 250	< 100	< 100
Fe	1 100	< 200	< 40	< 40
Mn	< 150	< 150	< 100	< 100
Mg	< 10	< 10	—	—

3. — PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET ÉLECTRIQUES

L'influence de la pureté se manifeste d'une manière évidente sur les caractéristiques mécaniques et électriques des différentes nuances de matériau utilisées. L'ordre de classement de ces nuances, d'après leurs propriétés, correspond à celui que l'on peut déduire de l'analyse chimique.

Le tableau III regroupe certaines caractéristiques :

a) Les propriétés mécaniques, en traction, à température ambiante, relatives à des éprouvettes prélevées parallèlement à la direction de laminage dans des feuilles laminées à froid et recuites.

Le recuit correspond à un traitement thermique de 1 heure à 800 °C pour le zirconium et les diverses nuances de titane, à l'exception toutefois du titane C, qui a été soumis à un traitement de 1 heure à 650 °C. Le titane C, du fait de sa pureté plus élevée, présente, pour une température de recuit identique, une taille de grains nettement plus importante que les autres nuances de titane. Ceci explique que l'on ait utilisé un traitement de recuit à température plus basses dans le cas du titane C, afin d'obtenir une taille de grains qui soit suffisamment faible vis-à-vis de la section des éprouvettes de traction.

b) La microdureté Vickers, sous faible charge (19 g).

c) Le rapport de la résistivité électrique à la température d'ébullition de l'hydrogène liquide (20 K) et à la température de la glace fondante.

Aux très basses températures, proches du zéro absolu, où les vibrations thermiques sont très notablement atténuées, la résistivité électrique d'un métal à l'état recuit est la conséquence essentielle du phénomène de diffusion des électrons de conduction parmi les atomes étrangers en solution. Le rapport de la résistivité électrique à la température de l'hydrogène liquide et à l'ambiante $\rho_{20 K} / \rho_{273 K}$ constitue ainsi un critère global de pureté, caractérisant le zirconium (comme ceci a été montré par les travaux de Renucci)^{1, 2}; il en est de même pour le titane.

Le titane désigné C constitue la nuance la plus pure de titane dont nous ayons disposé. Elle correspond cependant à un degré de pureté inférieur à celui du zirconium Van Arkel étudié.

TABLEAU III

Caractéristiques à l'état recuit (1 heure à 800 °C)	ZIRCONIUM	Titane *			
		A* (T ₄₀)	A (T ₃₅)	B	C
Limite élastique conventionnelle à 0,2 % (kg/mm ²)	2,8	22	14	8	6
Charge maximale (σ _s (kg/mm ²))	8	40	30	37	20
Allongement en % (début de la striction)	23	15	20	40	32
Microdureté Vickers sous charge de 19 g (kg/mm ²)	127	226	182	185	143
Diamètre du grain (μ)	80	25	40	45	25
Rapport de résistivité $\frac{\rho_{273\text{ K}}}{\rho_{20\text{ K}}} \times 10^4$	65	1 230	920	630	170

* Etat recuit (1 heure à 800 °C) à l'exception du titane C qui a été recuit 1 heure à 650 °C.

4. — RESTAURATION ET RECRISTALLISATION DU ZIRCONIUM ET DU TITANE ÉCROUI

Le zirconium Van Arkel utilisé recrystallise, après laminage unidirectionnel, dans le domaine de températures 270-290 °C. La restauration et la recristallisation du zirconium Van Arkel, ainsi que des nuances de pureté plus élevée telle que le zirconium purifié par la méthode de la zone fondue, ont fait l'objet de travaux de la part de L. Renucci^{1,2}, suffisamment développés pour qu'il ne soit pas nécessaire d'y revenir ici.

Par contre, nous présenterons ci-dessous les résultats d'une étude que nous avons entreprise concernant la restauration et la recristallisation du titane déformé par laminage³.

Le titane est écroui par laminage à température ambiante. Ce laminage est effectué par petites passes jusqu'à un taux de réduction en épaisseur $\frac{e_0 - e}{e_0}$ de 96 %.

Après laminage unidirectionnel, des éprouvettes de dimensions (2 × 3 × 0,07 cm d'épaisseur) sont soumises à des recuits cumulatifs, isochrones de 1 heure, à différentes températures. On suit l'évolution, corrélative aux phénomènes de restauration et de recristallisation, des propriétés physiques telles que la résistivité électrique à 20 K³, la dureté Vickers sous charge de 200 g, l'élargissement des raies de diffraction X. En outre, pour chaque température de recuit, l'état structural du métal a été analysé par microscopie optique, microscopie électronique en transmission sur lames minces* et par rayons X, selon la méthode de Debye-Scherrer en retour.

L'élargissement de la raie de diffraction (1013) a été mesuré à l'aide d'un diffractomètre équipé d'un compteur à scintillation en utilisant le rayonnement monochromatique K_α du cobalt. Cette raie a été choisie, bien qu'elle corresponde à un angle de Bragg re-

* La technique expérimentale est décrite au chapitre V, paragraphe 3.1.2.

lativement faible ($\theta = 42^\circ 17'$), en raison de son intensité comparativement élevée du fait de la texture du métal laminé. On détermine la « largeur intégrale » de cette raie de diffraction définie comme le rapport de la surface du pic de diffraction (intégration du nombre d'impulsions enregistrées par le compteur) à la hauteur du pic. Cette « largeur intégrale » exprimée en unités arbitraires est reportée sur la figure 1.

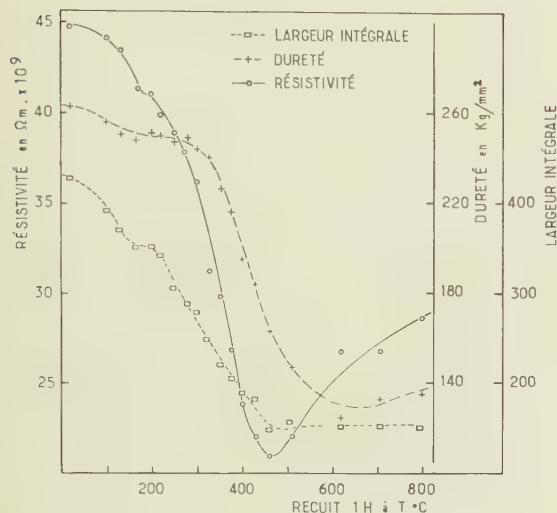


FIG. 1

Evolution de la résistivité électrique à 20 K, de la dureté et de la largeur intégrale de la raie de diffraction (1013) en fonction de la température de recuit (titane, nuance B).

Cette figure est relative au titane électrolytique, refondu par bombardement électronique, nuance B.

Les trois grandeurs étudiées présentent des évolutions similaires en fonction de la température de recuit. Il convient toutefois de noter que l'évolution de la dureté se trouve être par rapport à celle des deux autres propriétés légèrement décalée vers les températures plus élevées.

Nous classerons, arbitrairement, ces évolutions en trois stades principaux :

— Tout d'abord entre la température ambiante et la température de 200 °C, semble se situer un premier stade de restauration nettement distinct de celui de la recristallisation. Ce stade se manifeste par un affaiblissement de la courbe de dureté et par une chute rapide, se terminant vers 140 °C, sur les courbes de résistivité et de largeur intégrale. L'interpré-

tation de ce stade nécessiterait une étude particulière. On peut cependant avancer *a priori* l'hypothèse d'interactions entre les dislocations et des défauts ponctuels en sursaturation.

— Entre les températures de 200° et 460 °C, on observe la chute la plus importante des propriétés, résistivité et « largeur intégrale ». Cette chute est due en grande partie à la recristallisation, mais il semble toutefois que le début de cette évolution au-dessus de 200 °C résulte d'une restauration du réseau précédant l'apparition des premiers germes de recristallisation. Ces premiers germes sont détectés à une température d'autant plus basse que la sensibilité des moyens d'investigations est plus élevée.

C'est ainsi qu'en microscopie électronique en transmission sur lames minces, on décèle, dès la température de 345 °C, un début de perfectionnement des cellules d'écroissage ainsi que l'apparition des premiers nouveaux grains, d'un diamètre moyen de 0,1 μ , alors que la matrice est encore, en presque totalité, à l'état écroui (à 305 °C, fig. 2, l'aspect au microscope électronique est très peu différent de celui du métal à l'état laminé). A 400 °C (fig. 3), les nouveaux cristaux possèdent déjà des dimensions notables, mais il subsiste encore une proportion importante de matrice écrouie. Le métal est presque totalement recristallisé à la température de 468 °C (fig. 4) et les nouveaux grains ont une dimension moyenne de l'ordre du micron. Les méthodes de diffraction X se révélant moins sensibles, on ne constate un affinement des anneaux de diffraction en retour et notamment la séparation du doublet $\alpha_1 - \alpha_2$ de la raie (2133) (angle de Bragg $\theta = 69^\circ,4$ pour le rayonnement K_α du cuivre), que vers 380 °C. La ponctuation des raies en retour ne se détecte sur les films photographiques que vers 460 °C. Or, à cette température, les trois propriétés physiques étudiées sont presque entièrement restaurées, comme le montre la figure 1. Cette température correspond à une disparition presque totale de la matrice écrouie.

— Dès la température de 460 °C, les raies de diffraction ont retrouvé leur finesse et la « largeur intégrale » de la raie (1013) (fig. 1) demeure constante au-dessus de cette température.

On note, en outre, une remontée de la résistivité électrique pour les températures supérieures, vraisemblablement due à une remise en solution d'impuretés du métal, qui ne pré-

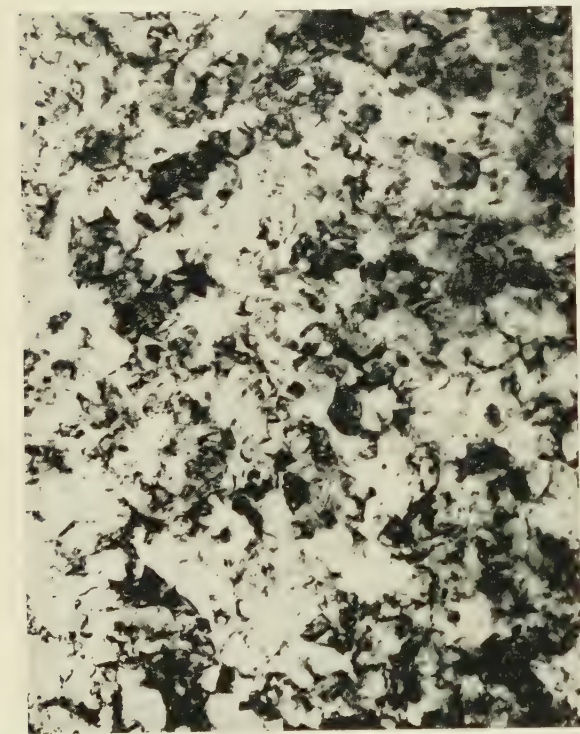


FIG. 2

Micrographie électronique, recuit de 1 h à 305 °C
(titane, nuance B), repère de 1 μ .

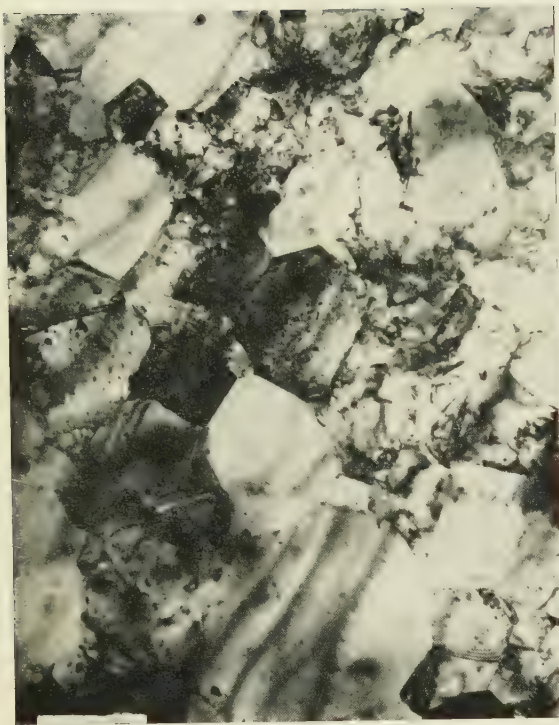


FIG. 3

Micrographie électronique, recuit de 1 heure à 408 °C
(titane, nuance B), repère de 1 μ .



FIG. 4

Micrographie électronique.
recuit de 1 heure à 468 °C
(titane, nuance B),
repère de 1 μ .

cipiteraient alors qu'incomplètement au cours du refroidissement. Il s'agirait d'un effet analogue à celui observé par Renucci dans le cas de zirconium contenant certaines impuretés métalliques¹.

Ce troisième stade correspond également au phénomène de croissance du grain que l'on constate au microscope optique.

**

Une étude similaire a été effectuée dans le cas du titane, nuance C, de pureté plus élevée. La figure 5 illustre l'évolution de la résistivité électrique à 20 K de cette qualité de titane, laminé à température ambiante à un taux de 96 % et soumis à des recuits cumulatifs de 1 heure aux différentes températures portées en abscisses. Cette figure permet la comparaison entre les comportements des deux nuances de titane B et C. La chute importante de résistivité liée à la recristallisation, se trouve, dans le cas du titane C, déportée vers des températures de près de 150° inférieures celles auxquelles se situe le phénomène de recristallisation du titane B.

Alors que le début de ponctuation ne se manifeste sur les raies de diffraction en retour qu'à la fin du phénomène de recristallisation dans le cas du titane B, cette même ponctuation apparaît beaucoup plus tôt dans le cas du titane C (fig. 5). Ce fait est confirmé par l'observation du métal au microscope électronique en transmission. On note, en effet, dans le cas du matériau plus pur (titane C), le développement précoce de nouveaux grains, de taille importante, alors que la matrice écrouie environnante est relativement peu restaurée, comme l'illustre la figure 6 relative à un recuit à 240 °C.

Les températures de fin de recristallisation sont donc de 350 °C pour le titane C et de 460 °C pour le titane B.

On peut remarquer, en outre, sur la courbe de la figure 5 relative au titane C qu'il n'existe pas de remontée de la résistivité pour les températures supérieures à celles de fin de

cristallisation. Il ne se produit donc pas de remise en solution d'impuretés précipitées. Ce fait indique que la teneur globale en impuretés métalliques est plus faible pour le titane C que pour le titane B.

La résistivité électrique à basse température est particulièrement sensible à l'influence des atomes étrangers en insertion, notamment l'oxygène, l'azote et le carbone. La valeur de la résistivité électrique du titane C à l'état recuit, qui est inférieure à celle observée pour le titane B indique que la nuance C est également d'une pureté plus élevée en ce qui concerne les éléments métalloïdiques d'insertion. Ce fait est en accord d'ailleurs avec les résultats analytiques du tableau II.

5. — CROISSANCE DU GRAIN

Si le métal est soumis à des recuits à des températures supérieures à celle de fin de recristallisation, on observe le phénomène de grossissement du grain. Celui-ci est plus important dans le cas du titane C que dans le cas du titane B, comme l'indique le tableau IV où est reporté le diamètre moyen des grains obtenus par recuits d'une heure à différentes températures.

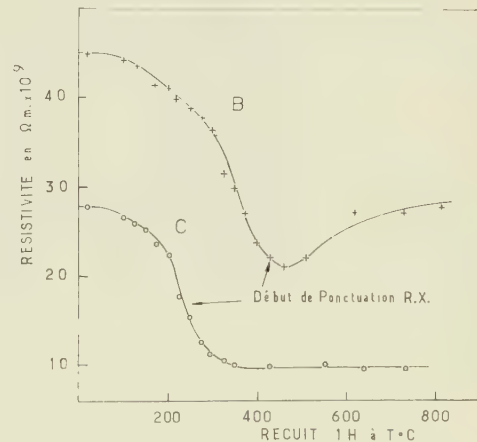


FIG. 5

Evolution de la résistivité électrique à 20 K en fonction de la température de recuit (titane, nuances B et C).

TABLEAU IV
Diamètre moyen du grain (l en μ)

	TEMPÉRA- TURES (°C)	400	450	500	550	600	650	700	750
Titane C	I	6,5	9	12	15	20	27	46	65
Titane B	I		1	2,5	6	12,5	22	32	51

Le diamètre moyen du grain varie en fonction du temps selon l'équation $I = Kt^n$, où n est un exposant et K une constante obéissant, en principe, à la relation d'Arrhénius.

$$K = K_0 \exp \left(\frac{q}{RT} \right)$$

q est la chaleur d'activation caractérisant le phénomène de croissance.

La taille du grain correspondant à un recuit de 1 heure est donc représentée par l'équation

$$\bar{I}_{1h} = K_0 \exp \frac{q}{RT}$$

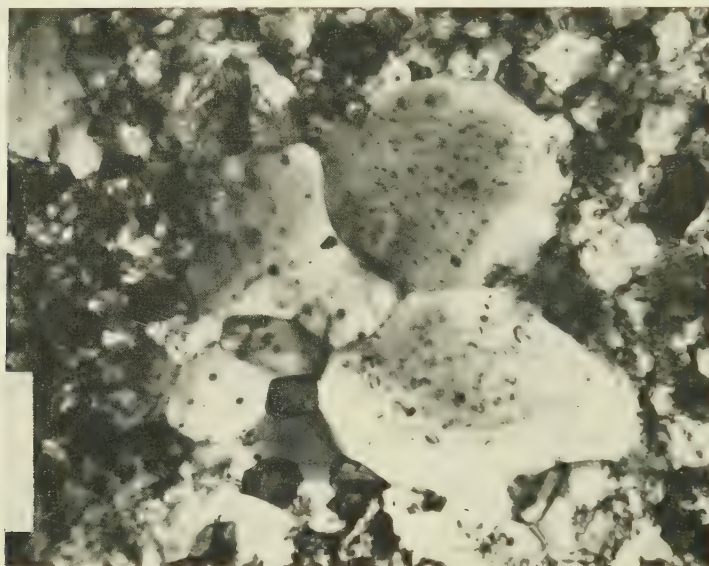


FIG. 6

Micrographie électronique, recuit de 1 heure à 240 °C (titane, nuance C), repère de 1 μ .

Si l'on reporte le logarithme du diamètre moyen du grain obtenu par recuit de 1 heure en fonction de l'inverse de la température obtenue, les points s'alignent d'une manière assez satisfaisante le long d'une droite, dont la pente permet de déterminer la chaleur d'activation q . La croissance du grain est ainsi caractérisée par une chaleur d'activation de 18 300 calories dans le cas du titane B et de 12 400 calories dans le cas du titane C plus pur. Cette valeur est comparable à celle observée dans le cas des zirconiums Kroll et Van

Arkel par Colin et Lehr⁴ (chaleurs d'activation comprises entre 16 300 et 20 000 calories).

Hsun Hu et Cline⁵ ont étudié la cinétique de croissance du grain dans le cas d'un titane Van Arkel, refondu au four à arc (analyse : C = 330 ppm; N = 100 ppm; M = 130 ppm; O = 20 ppm, traces de cuivre, de fer et de silicium). Les tailles de grains observées par ces auteurs, après recuit de 1 heure, sont proches de celles observées ici dans le cas du titane B. La chaleur d'activation qu'ils déterminent ($q = 72\,800$ cal/mole), correspond à une définition différente : ces auteurs la mesurent à partir de la pente des droites obtenues en reportant le logarithme de l'inverse du temps de recuit nécessaire pour obtenir

une taille de grains donnée en fonction de l'inverse de la température absolue. Afin d'effectuer une comparaison entre la valeur de ces auteurs et celle trouvée dans notre étude, il est nécessaire de multiplier la chaleur d'activation de Hsun Hu et Cline par l'exposant n (de valeur 1/3). Cette correction appliquée, leur processus de croissance du grain est caractérisé par une chaleur d'activation $q = 24\,200$ cal/mole, proche, mais encore supérieure à celle donnée dans le cas du titane B.

CHAPITRE II

Cristallographie de la déformation plastique de monocristaux de titane

Le but de ce chapitre est d'étudier les caractéristiques cristallographiques de la déformation plastique, en traction, de monocristaux de titane. Nous mettrons ainsi en évidence la compétition qui existe entre deux modes de déformation principaux : le glissement selon les plans prismatiques et le maclage du type $\{10\bar{1}2\}$.

La déformation de monocristaux de zirconium a déjà été beaucoup étudiée par ailleurs ^{6, 7, 8}, en particulier, par Demars, dans notre laboratoire ⁹. Nous n'avons donc pas cru devoir revenir sur cette question. Le cas du zirconium sera cependant cité à titre de comparaison, étant donné la très grande parenté entre ces deux métaux.

Dans le chapitre III, nous nous intéresserons plus particulièrement à la dynamique du glissement prismatique dans le cas du titane. La cinétique de ce mode de glissement a été analysée à différentes températures et pour différentes vitesses de traction. Nous avons ainsi pu chiffrer les grandeurs telles que l'énergie d'activation et le volume d'activation associées à ce mode de déformation. Rappelons tout d'abord quelques caractéristiques générales de la déformation plastique des métaux hexagonaux.

1. — DÉFORMATION PLASTIQUE DES MÉTAUX HEXAGONAUX

Contrairement au cas des métaux à symétrie cubique (cfc et cc) pour lesquels la déformation s'effectue normalement par glissement, les métaux hexagonaux donnent lieu au phénomène de maclage, qui intervient d'une manière compétitive avec le glissement cristallographique. En effet, les métaux hexagonaux possèdent un nombre de systèmes de glissement plus réduit que les métaux de structure cubique et, d'autre part, pour ces matériaux, les contraintes nécessaires à la formation des macles sont relativement faibles.

Les métaux hexagonaux présentent, entre eux, du point de vue de leurs modes de dé-

formation, des caractéristiques semblables. Le glissement cristallographique se produit presque exclusivement dans la direction à haute densité atomique $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Le glissement principal s'effectue soit selon le plan de base (0001), soit selon les plans prismatiques du type $\{10\bar{1}0\}$. Des glissements secondaires peuvent éventuellement se produire sur les plans pyramidaux de première espèce $\{10\bar{1}1\}$ et de seconde espèce $\{11\bar{2}2\}$.

1.1. - Modes de glissement des métaux hexagonaux

Il est d'usage de classer les métaux hexagonaux en deux groupes selon que le rapport c/a de leurs axes cristallographiques est supérieur ou inférieur à la valeur théorique (1,633), correspondant à un empilement compact d'atomes assimilés à des sphères rigides.

Les métaux hexagonaux de rapport c/a supérieur ou proche de cette valeur idéale, tels que le cadmium, le zinc, le magnésium, le cobalt présentent comme mode de glissement principal, le glissement basal (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (cf tableau V), alors que les métaux de rapport c/a inférieur à cette valeur, tels que le zirconium, le titane, le hafnium et l'yttrium glissent principalement sur les plans prismatiques $(10\bar{1}0) \langle 11\bar{2}0 \rangle$.

Une exception importante se manifeste vis-à-vis de cette classification. Le béryllium, dont le rapport c/a (1,568) est le plus faible de tous les métaux hexagonaux, glisse plus aisément selon le plan de base que selon le plan prismatique. Mais le béryllium se distingue des autres métaux hexagonaux à d'autres égards et notamment par sa température caractéristique de Debye, qui est anormalement élevée ($\theta_D = 1160$ K), ce fait indique une très grande rigidité du réseau cristallin, puisque les atomes n'atteignent leur fréquence maximale de vibration (selon la théorie de Debye) qu'à une température déjà notablement élevée.

Pour interpréter le comportement différent des métaux hexagonaux, du point de vue de leur mode de glissement principal, on peut évoquer différents critères.

1.1. 1° Critère d'espacement.

En premier lieu, on conçoit intuitivement que les liaisons entre plans atomiques d'une même famille seront d'autant plus lâches que ces plans seront plus espacés, c'est-à-dire plus denses. La rupture de ces liaisons qu'implique le glissement sera donc plus aisée si le cisaillement intervient selon des familles de plans caractérisées par une plus grande distance réticulaire.

Puisque l'espacement entre les plans (0001) décroît lorsque le rapport c/a diminue, le glissement prismatique serait donc favorisé par la décroissance du rapport axial (12). Cette tendance est bien confirmée par le classement des métaux hexagonaux, présenté dans le tableau V, à l'exception toutefois du béryllium.

Cependant cette notion d'espacement nécessite d'être précisée dans le cas des plans du type prismatique. En effet, si dans une structure hexagonale compacte, l'empilement des plans (0002) correspond à une séquence simple des couches ABAB, régulièrement espacées de la quantité $c/2$, les plans prismatiques, par contre, s'empilent selon une fréquence un peu plus complexe du type ABCDABCD (voir fig. 7). L'espacement entre couches AB ou CD est de $\frac{a\sqrt{3}}{6}$, alors qu'elle est de $\frac{a\sqrt{3}}{3}$ entre couches BC et DA). Les atomes situés sur deux plans prismatiques adjacents, tels que AB ou CD peuvent être considérés comme appartenant à un même plan ondulé, qui cisaille comme un tout lors du glissement. La distance interréticulaire entre plans ondulés est alors de $\frac{a\sqrt{3}}{2}$.

Le cas du magnésium, à cet égard, est particulièrement intéressant. Le rapport c/a pour ce métal (1,624), est légèrement inférieur à la valeur théorique de l'empilement compact (1,633). Ce métal se déforme non pas par glissement prismatique, mais essentiellement sur le plan de base. Or, l'espacement entre plans prismatiques ondulés ($\frac{a\sqrt{3}}{2}$) est supérieur pour ce métal à l'espacement entre plans (0002) ($c/2$). Ceci suggère donc que la distance réticulaire entre plans prismatiques ondulés

doit être nettement supérieure à celle entre plans de base pour que le glissement {1010} se produise (cf. ¹³).

1.1. 2° Critères énergétiques, anisotropie élastique du réseau hexagonal.

Les considérations ci-dessus peuvent être exprimées d'une manière plus précise en s'appuyant sur la théorie des dislocations. Le glissement cristallographique implique en effet, d'une part, la création de dislocations, d'autre part le déplacement de celles-ci. La sélection de tel ou tel plan de glissement peut être ainsi gouvernée par les critères suivants : l'énergie nécessaire à la création des dislo-

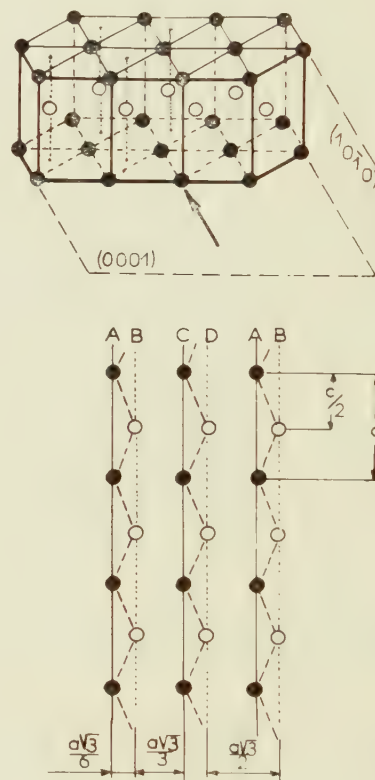


FIG. 7

Empilement d'atomes selon les plans prismatiques de la structure hexagonale compacte.

cations et la contrainte nécessaire pour vaincre la résistance que le réseau cristallin oppose au mouvement des dislocations (force de Peierls-Nabarro). Dans le cas d'un matériau de structure hexagonale compacte, ces deux grandeurs peuvent être affectées par l'anisotropie des constantes élastiques.

TABLEAU V

Le glissement dans les métaux hexagonaux

MÉTAL	GLISSEMENT principal	RAPPORT c/a	$\frac{\sigma_D \text{ prism.}}{\sigma \text{ basal}^*}$	TEMPÉRATURE ** de Debye (K)
Cd	(0001)	1,886	0,153	190
Zn	(0001)	1,856	0,305	308
Mg	(0001)	1,624	1,08	406
Co	(0001)	1,623	1,10	445
Re	(0001)	1,615	0,978	450
Zr	$\{10\bar{1}0\}$	1,589	0,902	270
Ti	$\{10\bar{1}0\}$	1,587	2,35	278
Hf	$\{10\bar{1}0\}$	1,581	1,55	260
Y	$\{10\bar{1}0\}$	1,571	1,288	218
Be	(0001)	1,568	2,001	1160

* Rapport des contraintes de Peierls-Nabarro pour des dislocations coins de vecteur a (d'après W. Tyson ¹¹.)

** D'après Kittel ¹⁰.

De ce point de vue, le problème a été abordé sur le plan théorique par Eshelby ^{14, 15} et Foreman ¹⁶. L'énergie élastique d'une dislocation est donnée par l'expression :

$$W = \frac{K b^2}{4 \pi} \text{Log} \frac{R}{r_0}$$

où b est le vecteur de Burgers, R le rayon du champ de contraintes dues à la dislocation, r_0 le rayon du cœur de la dislocation et K un facteur qui s'exprime en fonction des constantes élastiques du réseau.

En fait, l'application de cette formule au cas du zirconium et du titane, compte tenu des valeurs des constantes élastiques de ces deux métaux, conduit à des valeurs identiques pour l'énergie d'une dislocation vis située dans le plan de base ou dans le plan prismatique ¹⁶. Dans le cas d'une dislocation coin située dans le plan prismatique, l'énergie serait légèrement inférieure à celle d'une dislocation coin située dans le plan de base.

La différence d'énergie est cependant faible et donc peu significative.

D'un autre côté, la contrainte de Peierls-Nabarro est donnée par la formule suivante ⁶ :

$$\sigma_D = K \exp \left[- \frac{\pi K}{C} \cdot \frac{d}{b} \right]$$

où d représente la distance réticulaire caractérisant la famille de plans de glissement, K

ainsi que C s'expriment en fonction des constantes élastiques du réseau.

Cette formule montre tout d'abord que la contrainte de Peierls-Nabarro, sera d'autant plus faible que les plans de glissement présenteront un espacement d plus grand.

Dans le tableau V, nous avons reporté, d'après les calculs de Tyson ¹¹, le rapport des contraintes de Peierls-Nabarro pour des dislocations coins, de vecteur $\vec{a}$, situées dans le plan de base ou le plan prismatique. Ce tableau indique cependant une corrélation très médiocre entre ce critère de Peierls-Nabarro et la nature du plan de glissement effectivement observé. Une certaine tendance se manifeste seulement : lorsque le rapport c/a diminue, le rapport de la contrainte de Peierls-Nabarro pour le plan de base à celle pour le plan prismatique tend à s'élever. Les considérations d'anisotropie élastique ne sont pas suffisamment précises pour expliquer la préférence observée entre les deux modes de glissement possibles, basal ou prismatique.

1.1. 3° Critères basé sur l'énergie de défaut d'empilement.

Un autre critère important doit être cependant évoqué pour expliquer la prépondérance de l'un ou l'autre des deux modes de glissement : c'est l'énergie de défaut d'empilement.

Le glissement basal, comme le glissement prismatique fait intervenir des dislocations de même vecteur de Burgers $\vec{a}$ ou $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Or, on sait que ces dislocations parfaites sont susceptibles de se dissocier sur le plan de base, en créant un ruban de défaut d'empilement, bordé par deux dislocations partielles de type glissile :

$$\frac{1}{3} [11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{3} [01\bar{1}0] + \frac{1}{3} [1010].$$

Cette dissociation correspond à une diminution de l'énergie de déformation élastique du réseau. L'importance de cette dissociation (ou distance entre dislocations partielles), est fonction de l'énergie spécifique de défaut d'empilement, γ , du métal considéré. Ce type de dissociation a été effectivement observé au microscope électronique dans le cas d'alliages de structure hexagonale de Co (exemple Co-Ni, Co-Cr) pour lesquels l'énergie de défaut est particulièrement faible. Ces dislocations dissociées peuvent glisser aisément dans le plan de base. Par contre, le glissement prismatique sera d'autant plus difficile que la largeur de dissociation sera plus élevée, car il implique la recombinaison des deux dislocations partielles pour dévier le glissement du plan de base sur le plan prismatique.

Il en résulte que l'on peut considérer comme un critère déterminant, la valeur de l'énergie de défaut d'empilement. *Une diminution de l'énergie de défaut γ favoriserait le glissement basal au détriment du glissement prismatique.* Le cas du cobalt est significatif à cet égard. La faible valeur de l'énergie de défaut d'empilement pour ce métal (γ de l'ordre de 20 ergs/cm²) est en accord avec le fait que ce métal glisse sur le plan de base.

Les métaux du groupe IV, Zr, Ti et Hf présentent une énergie de défaut d'empilement γ élevée, d'après les estimations théoriques qui en ont été faites. Pour ces métaux, le glissement prépondérant est, comme nous le mon-

trons, le glissement prismatique. C'est ainsi que nous n'avons jamais pu mettre en évidence le glissement sur le plan de base, dans le cas des monocristaux de titane, même lorsque l'orientation de ces cristaux vis-à-vis de la direction de traction était très favorable au développement du glissement basal.

1.2. - Déformation par macles

Les métaux hexagonaux sont susceptibles de se déformer par macles, selon différents systèmes, dont le plus important correspond aux macles $\{10\bar{1}2\}$. La définition cristallographique complète d'une macle nécessite la connaissance des quatre éléments suivants, qui, selon la terminologie classique¹⁷ sont : le plan de macle K_1 , la direction de cisaillement n_1 , le plan K_2 (ou second plan sans distorsion), la direction n_2 , intersection du plan de cisaillement et du plan K_2 .

Les éléments cristallographiques des macles qui ont été observées dans le cas du zirconium et du titane sont données dans le tableau VI (d'après¹⁸).

La macle $\{10\bar{1}2\}$ est une macle classique que l'on observe dans beaucoup de matériaux hexagonaux. Elle correspond à une valeur du cisaillement faible. Les macles de ce type sont aisément reconnaissables, car elles présentent, dans le cas du zirconium et du titane, un aspect lenticulaire et sont d'épaisseur notable. Leur développement en épaisseur est en effet relativement aisé car les contraintes exercées dans la matrice environnante sont faibles, du fait que le cisaillement est peu important. Les macles des autres types, au contraire, apparaissent sous forme de plaquettes de très faible épaisseur.

La définition cristallographique de la macle $\{11\bar{2}1\}$ donnée dans le tableau VI est contestable. Elle correspond en effet à une valeur très élevée du cisaillement, qui entraînerait des distorsions considérables dans la matrice

TABLEAU VI
Définition cristallographique des macles des métaux hexagonaux

K_1	n_1	K_2	n_2	CISAILLEMENT
$\{1012\}$	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	0,167
$\{11\bar{2}1\}$	$\langle 11\bar{2}6 \rangle$	$\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	0,63
$\{1122\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\{1124\}$	$\langle 22\bar{4}3 \rangle$	0,225
$\{1123\}$	—	—	—	—

environnante. Demars⁹ proposait une définition différente de cette macle en se basant sur le fait que ces macles agissent pour des compressions appliquées selon des directions proches de [0001].

La compétition entre les différents modes de déformation par glissement ou par maclage peut être modifiée lorsque la température varie, puisque ces différents modes ne sont pas sensibles de la même manière au facteur température. C'est ainsi que, notamment le maclage dans le cas du zirconium et du titane (comme d'ailleurs d'une manière plus générale dans le cas des autres métaux), prend une importance d'autant plus marquée que la température est plus basse (cf. chapitre IV). Il n'en demeure pas moins que les deux métaux ici considérés demeurent remarquablement ductiles même aux basses températures (à 70 K) comme il sera montré plus loin.

2. — MÉTHODE DE PRÉPARATION DE MONOCRISTAUX DE TITANE

Le métal utilisé est un métal d'origine électrolytique, refondu par bombardement d'électrons. Des monocristaux ont été préparés à l'aide du titane nuance B, ainsi que du titane plus pur nuance C. Les analyses chimiques et les propriétés relatives à ces matériaux ont été présentées dans le chapitre 1.

1. Des plaquettes rectangulaires de 4 mm de largeur et de 40 mm de longueur ont été découpées, à l'aide d'un emporte-pièce, dans des feuilles de titane de ces deux nuances, obtenues

par laminage unidirectionnel jusqu'à un taux de réduction en épaisseur $\frac{e_0 - e}{e_0}$ de 96 %. L'épaisseur finale était de l'ordre de 7/10 de millimètre.

La méthode de préparation de gros cristaux consiste en un recuit de 1 heure à 1 000 °C, soit donc en phase β , suivi d'un recuit de longue durée (environ 10 j.), en phase α à 840 °C, soit à une température un peu inférieure à celle du point de transformation $\alpha \rightarrow \beta$; les recuits sont effectués sous vide, la pression résiduelle étant inférieure à 10^{-6} torr.

Après ce traitement thermique, les éprouvettes sont polies soigneusement par polissage mécanique, puis polissage chimique (cf. chapitre V), afin de supprimer l'effet de relief superficiel provoqué par la transformation allotropique. On obtient ainsi des cristaux de dimensions notables, de 10 à 20 mm de longueur et occupant toute la section transversale des plaquettes (exemple fig. 8).

Ces cristaux ne comportent pas ou peu d'inclusions. Ils possèdent un très bon degré de perfection. Des clichés de diffraction obtenus par la technique de Guinier-Tennevin¹⁹ ont révélé une désorientation entre sous-blocs qui n'excède pas 5 à 10 minutes d'arc pour un cristal de 10 mm de longueur. Les éprouvettes comportent en général plusieurs gros cristaux. Cependant nous pouvons par serrage entre deux paires de mordaches, comportant une cannelle transversale, isoler un monocristal, découper à la scie d'horloges, au delà des mordaches, les extrémités de la bande métallique, et placer l'ensemble sur la machine de traction. On peut ainsi étudier en traction le comportement du cristal ainsi sélectionné dont l'orientation a été préalablement déterminée par rayons X, selon la méthode de Laue en retour (anodicathode de cuivre).

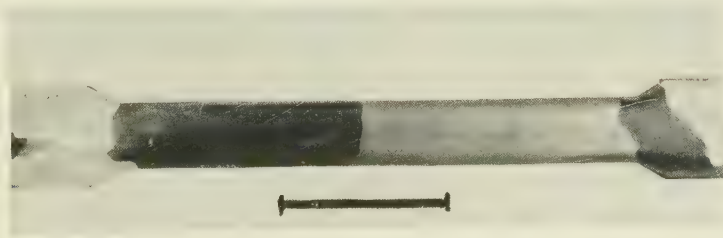


FIG. 8

Eprouvette dans laquelle sont découpés les monocristaux de titane : repère 1 cm.

*direction de traction*¹⁷. Les rotations qui ont été observées, en prenant successivement les diagrammes de Laue des cristaux pour des taux d'allongement croissants sont schématisés par les trajets matérialisés sur la figure 10. On constate ainsi une rotation de l'axe de traction vers la direction $[2\bar{1}10]$. Ces observations confirment donc que les directions de glissement sont bien du type $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, ce sont les directions à plus haute densité atomique pour ces métaux, Zr et Ti.

puisque deux systèmes de glissement sont symétriquement disposés vis-à-vis de la direction de traction. La rotation du réseau s'effectue alors de telle manière que la direction se rapproche de la direction $[10\bar{1}0]$.

Le glissement prismatique est illustré par les figures 11 et 12. Les lignes de glissement, résultant du glissement prismatique sont remarquablement rectilignes, même dans le cas de taux d'allongement notable (fig. 11, cristal

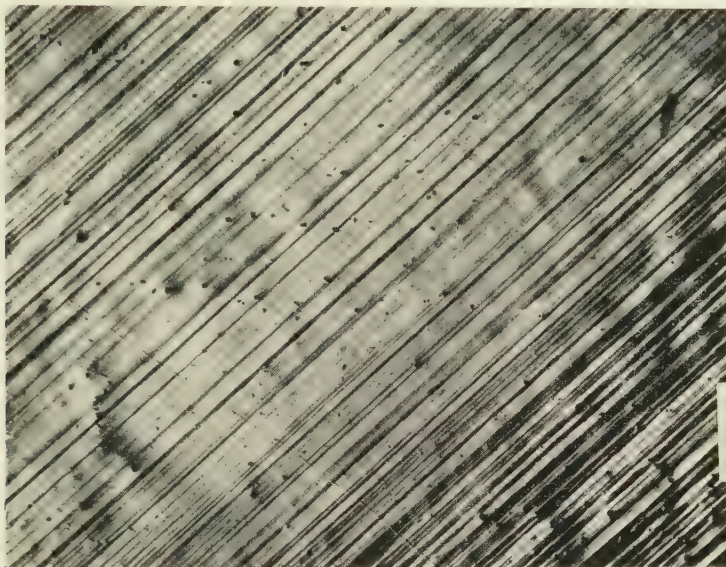


FIG. 11

Aspect des lignes de glissement prismatique monocristal 17 tractionné à 10 % : repère de 100 μ .

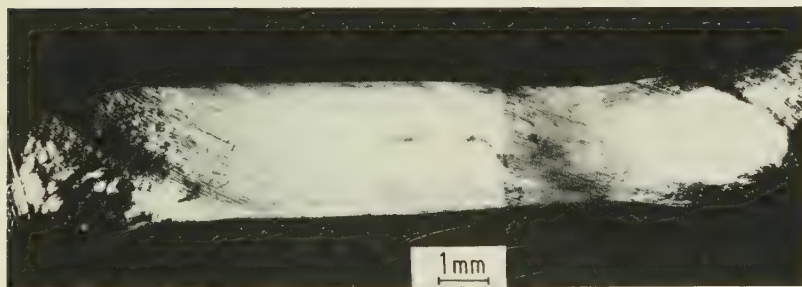


FIG. 12

Monocristal 17 tractionné à 40 %.

Dans le cas du cristal 10, la déformation débute en glissement simple et l'axe de traction se déplace selon la trajectoire indiquée, jusqu'au point où l'axe de traction rencontre le côté du triangle $(0001-10\bar{1}0)$. Dès lors la déformation se poursuit en glissement double,

allongé de 10 % par traction). La figure 12 donne l'aspect général de ce même cristal, après un taux de déformation plus important (40 %). La déformation s'est poursuivie uniquement en glissement simple selon l'un des plans $\{10\bar{1}0\}$. On notera en particulier sur la

droite de la figure, l'apparition d'une striction importante, ainsi que la courbure des plans de glissement aux extrémités du cristal, résultant du processus d'accommodation de la déformation au voisinage des mordaches.

3.2. - Glissement basal

Pour les températures (entre 70 et 473 K) et les vitesses de traction utilisées (entre 10^{-3} et 10^{-2} s $^{-1}$) nous n'avons jamais observé de

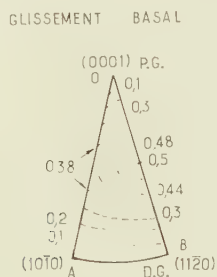


FIG. 13

Glissement basal variation du facteur de Schmid.

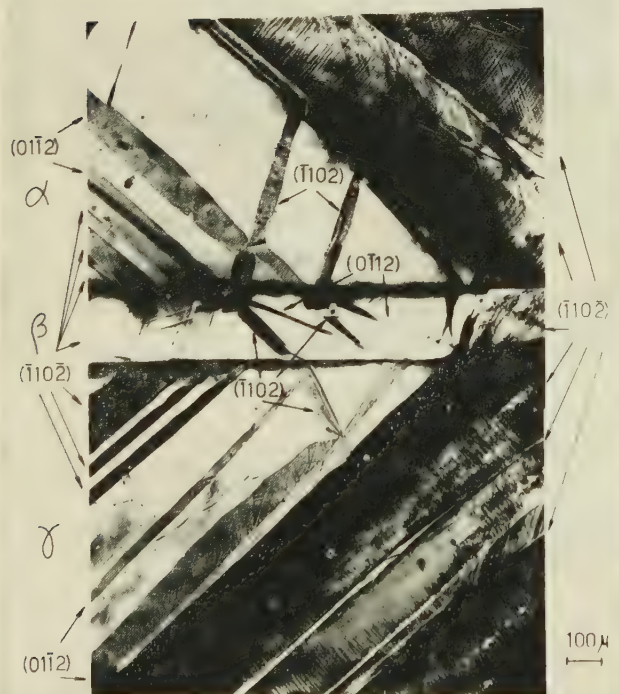


FIG. 14

Monocristal 22 tractionné à 6 %, lumière polarisée, repère de 100 μ : α face supérieure, β franche et γ face inférieure opposée à α .

déformation par glissement basal, sur les monocristaux de titane. La figure 13 donne la variation du facteur de Schmid ($\cos \Phi \cos \lambda$) pour le glissement basal en fonction de l'orientation de la direction de traction. Les orientations les plus favorables à la mise en jeu de ce mode de glissement correspondraient à la direction de traction située dans le plan du type $\{1120\}$ et approximativement à égale distance des directions $[0001]$ et $[1120]$. Si l'on se reporte à la figure 10, on constate que les cristaux 13, 10 et 22 seraient parmi les plus favorablement orientés du point de vue du glissement basal. Leurs facteurs de Schmid seraient respectivement de 0,47, 0,45 et 0,4. En réalité, on constate qu'en traction à température ambiante les cristaux 13 et 10 se sont déformés par glissement prismatique pur alors que le cristal 22 s'est déformé principalement par maillage $\{10\bar{1}2\}$ et secondairement par glissement prismatique au sein des macles $\{10\bar{1}2\}$ préalablement formées (fig. 14 et 15).

Ainsi, compte tenu des valeurs du facteur de Schmid, pour le glissement prismatique, relatives au cristal 13 (qui s'est effectivement déformé en glissement prismatique), on doit conclure que la contrainte critique de cisaillement pour le glissement basal est au moins 1,6 fois supérieure à celle nécessaire au glissement prismatique.

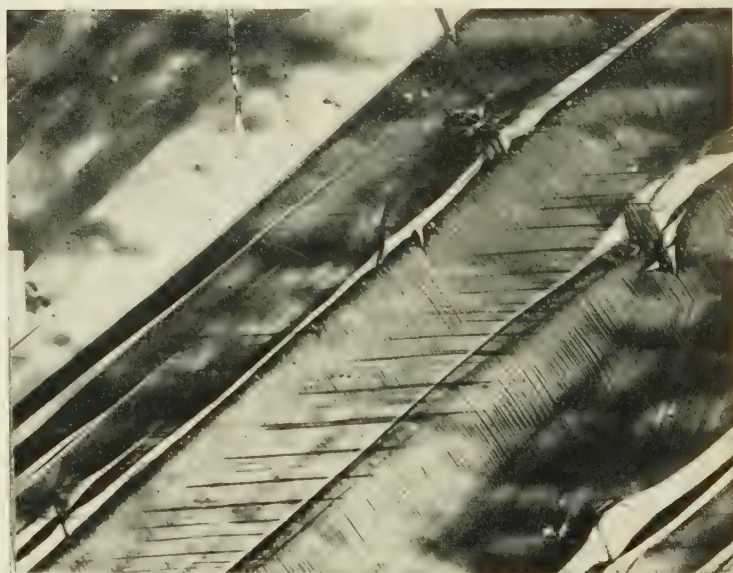


FIG. 15

Monocristal 22 tractionné à 6 %, lumière polarisée, repère de 100 μ .

En outre, pour des orientations défavorables au glissement prismatique (cas du cristal 22), mais favorables au glissement basal, le fait que la déformation s'effectue par maclage $\{10\bar{1}2\}$ est inférieure à la contrainte critique du glissement basal.

En bref, dans nos essais, il apparaît que le glissement sur le plan (0001) n'est en aucun cas compétitif vis-à-vis du glissement prismatique ou du maclage $\{10\bar{1}2\}$.

Le mode de glissement prépondérant dans le cas du titane est donc le glissement prismatique $\{10\bar{1}0\}$. Cette constatation est en accord avec les observations antérieures d'autres auteurs : Rosi, Dubé et Alexander¹³, qui observent cependant, comme glissement secondaire, le glissement pyramidal $\{10\bar{1}1\}$. Cependant ce mode de déformation mineur n'est observé par ces auteurs que dans le cas de monocristaux ayant présenté des modes de déformation complexe et pour lesquels notamment les trois systèmes de glissement $\{10\bar{1}0\}$ opéraient simultanément. Par contre, en aucun cas, ces auteurs n'ont observé de glissement basal même dans le cas de cristaux dont le type de déformation était complexe.

Anderson, Jillson et Dunbar²¹ observent le glissement basal dans le cas de monocristaux pour lesquels la direction de traction est proche de $[0001]$. Bien que ces auteurs aient utilisé un titane Van Arkel, les teneurs en impuretés sont relativement importantes : les concentrations en éléments d'insertion (oxygène 270 ppm, carbone 500 ppm) sont supérieures à celles des matériaux que nous avons utilisés. Ces auteurs trouvent une contrainte critique de cisaillement pour le glissement basal de 11 kg/mm², nettement supérieure à celle pour le glissement prismatique (5 kg/mm²). Cette dernière valeur est à comparer aux valeurs que nous avons observées pour le glissement prismatique et dont il sera discuté plus loin.

Enfin, Churchman²², travaillant sur des titanes Van Arkel de pureté plus élevée que celle des métaux des matériaux utilisés par les auteurs précédents, n'observe le glissement basal que dans le cas de monocristaux ayant des teneurs en oxygène et azote élevées (somme des concentrations en ces deux impuretés de l'ordre de 0,1 %). La contrainte critique pour le glissement basal serait dans ce cas de 6,3 kg/mm².

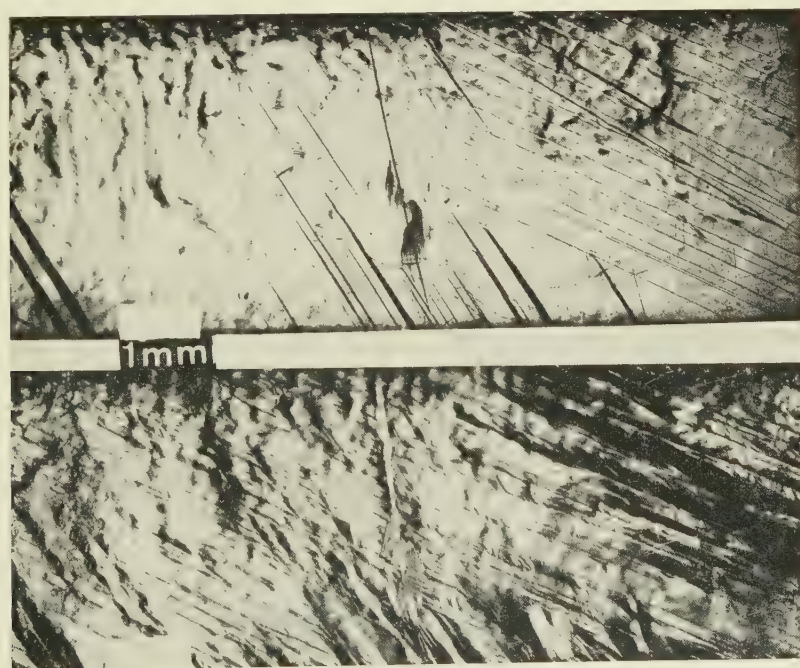


FIG. 16

Monocristal 5 tractionné :

a) de 1,2 %, b) de 15 %.

3.3. - Déformation par macles

La déformation par macles n'apparaît que pour des cristaux dont l'orientation est peu favorable au glissement prismatique. Ce sont ceux pour lesquels le facteur de Schmid a une valeur faible, c'est-à-dire conformément à la figure 9, pour lesquels la direction de traction fait un angle peu important (inférieur à 30° environ) avec la direction $[0001]$. Les cristaux 2, 22 et 5 de la figure 10 appartiennent à cette catégorie.

En traction, à température ambiante, la déformation s'effectue principalement par formation de macles $\{10\bar{1}2\}$. La détermination des indices des macles formées a été effectuée par l'orientation des traces du plan de macle sur deux macles perpendiculaires des cristaux étudiés (exemple figure 13). Les macles $\{10\bar{1}2\}$ sont de forme lenticulaire et peuvent atteindre des épaisseurs notables (exemples figures 14 et 15). Elles tendent à s'élargir lorsque le taux de déformation s'élève (exemples figures 16 a et b).

L'aptitude que possède une macle à relâcher les contraintes de tension, dépend de l'orientation de l'axe de traction vis-à-vis du réseau cristallin. Si l'axe de traction est situé dans l'espace défini par l'angle obtus compris entre K_1 et K_2 , la formation de la macle correspondante entraînera une augmentation de longueur du cristal selon la direction d'application de la contrainte de tension. Ce maclage sera donc apte à relâcher les contraintes de tension.

Cet effet se manifeste sur les courbes de traction enregistrées durant la déformation des monocristaux. La formation brutale de chaque macle individuelle s'accompagne d'une chute de la contrainte d'écoulement : la courbe de traction présente des hachures.

On peut ainsi représenter sur le triangle stéréographique les domaines de formation des macles $\{10\bar{1}2\}$ en tension, selon l'orientation de la direction de traction (figure 17). Il existe 6 macles du type $\{10\bar{1}2\}$ qui se répartissent en trois groupes de deux ayant même zone d'action : il leur correspond les trois zones T_1 (D C B), T_2 (A B C), T_3 (O A B) où peuvent agir théoriquement, en tension, deux, quatre ou six macles du type $\{10\bar{1}2\}$.

Le maclage entraîne, en outre, un changement d'orientation brutal du réseau. La par-

tie maclée devient ainsi symétrique de l'orientation initiale, par rapport au plan de macle. Les orientations de la direction de traction comprises dans l'un des domaines T_1 , T_2 , T_3 se trouvent transformées après un maclage simple ou de nouvelles orientations comprises dans les domaines V_1 (A B C), V_2 (B C), V_3 (C D E) (un raisonnement identique avait été présenté par Demars⁹ dans le cas de déformation par compression).

En conclusion, la déformation par macle $\{10\bar{1}2\}$ intervient lorsque l'orientation de la direction de traction est relativement proche de la direction $[0001]$, c'est-à-dire dans un cas où le glissement $\{10\bar{1}0\}$ est difficile. Elle a pour conséquence de modifier l'orientation de la direction d'application de la contrainte de tension en la rejetant vers les régions périphériques de la projection stéréographique, c'est-à-dire vers des régions où le glissement prismatique est aisé.

Le rôle du maclage $\{10\bar{1}2\}$ peut donc ainsi s'analyser : la formation de macles en premier lieu relâche les contraintes dans la mesure où celle-ci entraîne un allongement du cristal dans la direction de traction. Mais, en outre, elle a pour conséquence de modifier l'orientation initiale du cristal et de l'orienter d'une manière très favorable au glissement prismatique. Le cas des figures 14 et 15 est significatif à cet égard.

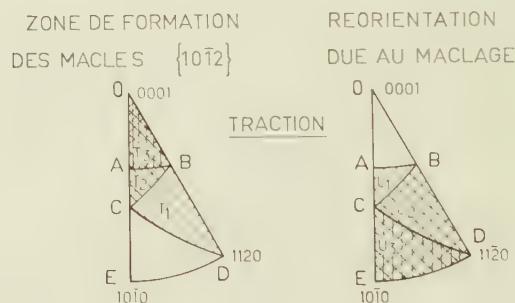


FIG. 17

Zone de formation des macles $\{10\bar{1}2\}$ et réorientation due au maclage.

En résumé, l'étude ci-dessus de la déformation de monocristaux a montré que deux modes principaux de déformation interviennent :

1) Le glissement prismatique dans le cas où l'orientation initiale du cristal est favorable à

ce mode de déformation (facteur de Schmid élevé). Le maclage dans ce cas est inexistant.

2) Le maclage $\{10\bar{1}2\}$ lorsque l'orientation initiale de la direction de traction est située dans la partie inférieure du triangle stéréographique. Cette déformation s'effectue alors simultanément avec une déformation en glissement prismatique locale uniquement au sein des zones maclées.

En aucun cas, nous n'avons observé de glis-

sements sur le plan de base, comme mode primaire de déformation.

Les autres modes de maclage n'interviennent qu'à titre secondaire, lorsque la déformation du cristal est devenue déjà importante. Ces modes de déformation interviennent dans des zones de concentration de contraintes et dans des circonstances où de toute manière la déformation ne peut plus être considérée comme s'effectuant sous contrainte uniaxiale.

CHAPITRE III

Dynamique du glissement prismatique dans les monocristaux de titane

La déformation en traction des monocristaux a été étudiée à l'aide d'une machine de traction Instron, à la température ambiante et en opérant à une vitesse de déformation constante de $V_t = 8,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. On s'est intéressé surtout à l'analyse des courbes de traction relatives à des monocristaux se déformant par glissement prismatique.

1. — CONTRAINTE CRITIQUE DE CISAILEMENT A TEMPÉRATURE AMBIANTE DURCISSEMENT PAR TRACTION

La connaissance de l'orientation initiale des cristaux, déterminée par diagramme de Laue permet de calculer la valeur de la contrainte de cisaillement τ résolue selon le plan de glissement et selon la direction de glissement. La variation de cette contrainte en fonction du taux de cisaillement (ou allongement rapporté dans la direction de glissement) est donnée sur la figure 18, pour quelques monocristaux

(monocristaux n° 17 et n° 1 issus du titane B et n° 1* et 3* issus du titane plus pur C). On tient compte dans le calcul de ces deux grandeurs τ et g , de la rotation subie par le réseau cristallin, durant la déformation.

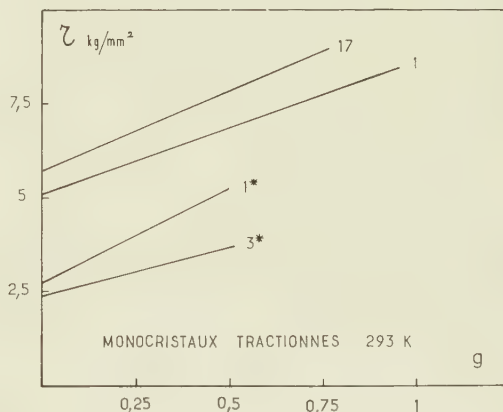


FIG. 18

Contrainte de cisaillement « τ » en fonction du taux de cisaillement « g » pour des monocristaux de titane tractionnés à 293 K.

Dans le cas d'une déformation en glissement simple, le fait remarquable est que l'on observe une augmentation linéaire de la contrainte de cisaillement réduite en fonction du taux de cisaillement. Le durcissement, qui peut être représenté par la pente $\frac{dg}{d\tau}$ reste faible. Ce stade, caractéristique du « glissement facile », observé pour la plupart des métaux hexagonaux, s'étend, dans le cas du titane, sur un domaine d'allongement important, voire jusqu'au début de la striction.

La contrainte critique de cisaillement τ_0 , caractéristique du glissement primatique, peut être déterminée sur les courbes de traction, en mesurant la limite élastique des monocristaux, ou contrainte correspondant à la fin de la partie initiale linéaire des courbes. Mais on peut également définir une « contrainte résolue de glissement facile » τ^R en extrapolant à la valeur de déformation nulle les droites $\tau = (f) g$. Les valeurs de τ_0 ainsi obtenues sont différentes et inférieures de celles de τ^R (tableau VII).

TABLEAU VII

N° du cristal	kg/mm ² τ_0	kg/mm ² τ_r	kg/mm ² $\frac{d\tau}{dg}$	g début de striction
1	4,2	5,75	3,5	0,95
17	4,3	5,1	4,2	0,75
1 *	1,7	2,75	3	0,5
3 *	1,6	2,4	5	0,5

Compte tenu d'une certaine dispersion observée sur des cristaux différents, on peut dire que la contrainte résolue de glissement facile τ_r est de l'ordre de 5,5 kg/mm² à température ambiante pour le titane le moins pur et de 2,5 kg/mm² pour le métal le plus pur.

Ces valeurs sont comparables à celles qui ont été observées par d'autres auteurs sur des monocristaux de titane tractionnés. Mais les valeurs de la bibliographie sont en général plus élevées que les nôtres ^{21, 22, 23}.

Le tableau VIII donne les valeurs de la limite élastique et de l'allongement à la striction pour des cristaux dont le mode de déformation prépondérant est le maclage {1012}. Les courbes de traction de monocristaux dont

TABLEAU VIII

N° du cristal	σ_0 limite élastique kg/mm ²	A _s ALLONGEMENT de striction
2	12,2	7,5 %
22	18	6 %
5	14	14 %

la déformation débute par l'apparition de macles {1012} présentent de nombreux décrochements. Compte tenu des facteurs de Schmid caractéristiques de ces cristaux, il est possible de calculer les valeurs de la contrainte qui serait nécessaire pour mettre en jeu le glissement prismatique : on trouve pour ces trois cristaux des valeurs de l'ordre de 30 kg/mm², nettement supérieures à leur limite élastique. Ces cristaux, dont l'orientation est peu favorable au glissement {1010}, se déforment initialement par maclage et le glissement prismatique n'affecte ultérieurement que les parties maclées, plus favorablement orientées vis-à-vis de la direction de traction pour ce mode de déformation.

2. — INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE ET DE LA VITESSE DE TRACTION SUR LA DYNAMIQUE DU GLISSEMENT

Il est intéressant d'étudier simultanément l'influence des deux paramètres température et vitesse de traction sur la déformation plastique de monocristaux, car on peut en déduire les valeurs des grandeurs qui caractérisent les processus mis en jeu, telles que l'enthalpie d'activation et le volume d'activation.

Etant donné qu'il est difficile de disposer de monocristaux ayant rigoureusement la même orientation initiale et que d'ailleurs, même dans ce cas, il existerait une certaine dispersion sur leurs caractéristiques mécaniques, il est préférable d'analyser l'influence des deux paramètres cités sur chaque cristal étudié. En d'autres termes, on effectue des changements de température ou des changements de vitesse de traction au cours même de la déformation des monocristaux. Cinq températures ont été étudiées en plongeant l'éprouvette durant la traction dans des bains thermostatés

(azote liquide 77 K — acétone refroidie 203 K — température ambiante 293 K — bains d'huile thermostatés à 373 K ou 473 K), les vitesses de traction sont de $8,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $8,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Elles correspondent à un rapport de vitesse de 10. Grâce à un dispositif électromécanique, ce changement de vitesse peut être effectué instantanément durant la traction de l'éprouvette.

Dans cette étude, nous ne nous sommes intéressés qu'à des monocristaux dont l'orientation était telle que la déformation s'effectuait uniquement par glissement simple $\{10\bar{1}0\}$. Etant donné que l'on sait, d'après ce qui précède, qu'à vitesse constante et à température constante, la contrainte résolue τ varie *linéairement* en fonction du taux de cisaillement g , il est possible à partir d'essais discontinus effectués à différentes températures ou à différentes vitesses sur un *même* cristal de reconstituer les courbes de traction que présenterait ce cristal pour chaque vitesse ou chaque température. Pour ce faire, il suffit d'extrapoler linéairement les différents paliers de charge que l'on observe. Une telle exploitation des courbes est donnée sur la figure 19 : nous voyons ainsi que les changements de température en cours de traction apportent peu de perturbations, aux erreurs d'expérience près, en ce sens que les différents paliers relatifs à une même température sont bien dans le prolongement les uns des autres. En particulier, l'extrapolation linéaire à la valeur $g = 0$, fournit les valeurs de la contrainte résolue de glissement facile τ_r , aux différentes températures étudiées. En outre, nous avons vérifié que les cristaux s'étaient bien déformés uniquement par glissement prismatique simple, sans intervention du maclage, même aux plus basses températures.

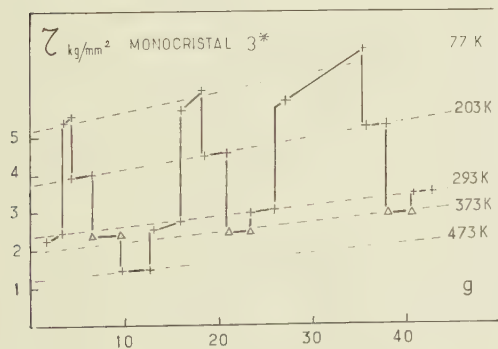


FIG. 19

Courbe de traction du monocristal 3* à différentes températures.

Les observations suivantes peuvent être effectuées :

1° INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE.

A vitesse de déformation constante, la contrainte résolue de glissement facile τ_r décroît d'une manière régulière lorsque la température s'élève (fig. 20). Cette décroissance est d'autant plus marquée que le métal est moins pur. Pour chaque température évidemment la contrainte nécessaire à la mise en jeu du glissement prismatique est plus faible pour le métal le plus pur.

2° INFLUENCE DE LA VITESSE DE TRACTION (sensibilité à la vitesse).

Une augmentation de la vitesse de traction entraîne une augmentation de la contrainte de déformation (tableau IX). L'augmentation de la contrainte $\Delta \tau$ résultant d'une augmentation

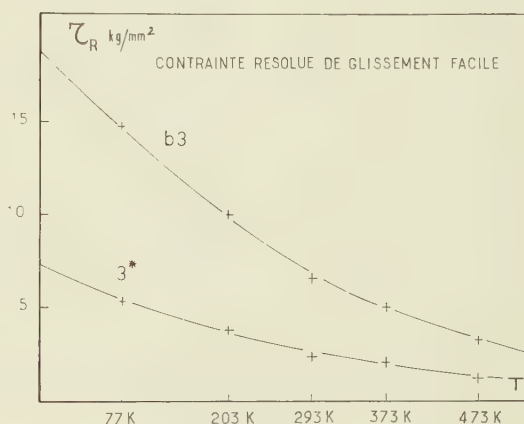


FIG. 20

Contrainte résolue de glissement facile en fonction de la température.

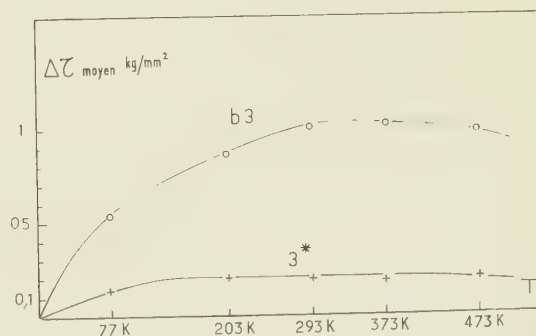


FIG. 21

Accroissement de contrainte dû au changement de la vitesse de traction effectué pour différentes températures.

TABLEAU IX

Monocristal b 3 $\frac{g'_2}{g'_1} = 25$					
TEMPÉRATURE K	77	203	293	373	473
$\Delta \tau$ moyen	0,54	0,86	1	1,035	0,95
V/b^3	25	41	51	63	87
$\frac{\Delta \tau}{\Delta T}$ kg mm ⁻² 100 K ⁻¹	4	3,9	3	2	1,5
ΔH apparente eV	0,12	0,52	0,70	0,75	1,00
$ \vec{b} = a = 2,95 \text{ \AA}$ $b^3 = 25,7 \text{ \AA}^3$ $k = 1,4 \cdot 10^{-21} \text{ kgmm} \cdot \text{K}^{-1}$ $\text{leV} = 1,63 \cdot 10^{-17} \text{ kgmm}$					
Monocristal 3 * $\frac{g'_2}{g'_1} = 10$					
TEMPÉRATURE K	77	203	293	373	473
$\Delta \tau$ moyen	0,125	0,192	0,185	0,174	0,19
V/b^3	77	133	200	270	313
$\frac{\Delta \tau}{\Delta T}$ kg mm ⁻² 100 K ⁻¹	1,7	1,4	1,1	0,7	0,6
ΔH apparente eV	0,16	0,60	1,00	1,10	1,40

de la vitesse de traction dans un rapport 10 est donnée en fonction de la température sur la figure 21 pour deux cristaux de pureté différente. Cette augmentation est moins marquée aux basses températures.

On remarquera également que la contrainte est d'autant moins sensible à la vitesse que le métal est plus pur (cf. cristal 3*).

Par ailleurs, l'augmentation de la contrainte $\Delta \tau$, pour une température donnée, résultant d'une augmentation de la vitesse de traction, apparaît être indépendant du taux d'allongement imposé au cristal, c'est-à-dire de son degré d'écrouissage.

3. — EQUATIONS DE LA DÉFORMATION

Une exploitation mathématique plus approfondie des résultats présentés ci-dessus peut être intéressante, car elle permettrait, en principe, de déterminer les processus fondamentaux qui contrôlent la mobilité des dislocations associées aux modes de déformation

mis en jeu. La cinétique de déformation d'un métal est généralement complexe car elle est fonction d'un grand nombre de paramètres. La vitesse de déformation d'un métal g' en traction dépend en effet de la température T , de la contrainte appliquée τ , de la pureté du métal, de son état structural (densités de dislocations, mode d'arrangement des dislocations, degré d'écrouissage).

Pour un métal de pureté donnée et dans un état structural donné, la vitesse de déformation est donc fonction de deux variables, la température et la contrainte appliquée. La vitesse de déformation plastique g' peut s'exprimer dans le cas où il n'existe qu'un seul processus activé thermiquement par une relation du type :

$$g' = \gamma_0 \exp -\Delta H/kT \quad (1)$$

où γ_0 est un facteur de fréquence;

k la constante de Boltzmann;

T la température absolue;

ΔH l'enthalpie d'activation qui, dans le général, est une fonction de la contrainte et de la température.

Dans le terme préexponentiel γ_0 figure la fréquence de vibration du réseau ν , le vecteur de Burgers $\vec{b}$ des dislocations considérées et divers termes qui ne peuvent être explicités que si l'on précise la nature de l'obstacle à franchir, tels que la densité des dislocations (mécanisme de Peierls), le nombre de sites par unité de volume où une dislocation en mouvement rencontre des obstacles (glissement dévié, intersection avec la forêt), la distance moyenne parcourue par la dislocation lors du franchissement de l'obstacle, etc.

L'équation générale (1) a été proposée, notamment par Conrad²⁴ et appliquée par ces auteurs à la déformation du fer^{25, 26, 27}, puis généralisée par divers auteurs^{28, 29, 30} au cas d'autres métaux.

3.1. - Modèles physiques et mathématiques

Les dislocations associées au mode de déformation mis en jeu (dans le cas présent, le glissement prismatique) peuvent être freinées dans leur déplacement par certains processus. Ceux-ci peuvent correspondre :

- à un effet de frottement dû au réseau cristallin (force de Peierls-Nabarro);
- à l'intersection des dislocations mobiles avec la forêt de dislocations;
- au glissement dévié ou recombinaison des parties vis des dislocations dissociées dans le plan de base;
- aux interactions entre impuretés et dislocations.

Une dislocation mobile de longueur L , de vecteur de Burgers b , glissant dans son plan de glissement est soumise à la force

$$F = b L \tau \quad (2)$$

où τ représente la contrainte résolue dans le plan de glissement selon la direction de glissement.

L'effet des obstacles qui s'opposent au déplacement libre des dislocations et en ralentissent le mouvement peut être discuté à l'aide d'un diagramme Force-Distance. On peut considérer que ce diagramme est de la forme représentée sur la figure 22.

Sous l'effet de la contrainte appliquée τ , la dislocation est amenée en position M,

d'abscisse X_1 et le franchissement de l'obstacle ne peut être réalisé que si une énergie supplémentaire ΔH est fournie par les fluctuations thermiques.

ΔH est l'enthalpie d'activation, schématisée sur le diagramme par la surface hachurée sous la courbe. La force appliquée fournit elle-même, durant ce stade d'activation, un travail mécanique, représenté par la surface $X_1 M M' X_2$, que l'on écrira $V \tau$ où V représente le volume d'activation.

$$V \tau = F (X_2 - X_1) = b L \tau (X_2 - X_1) \quad (3)$$

ou $V = b L (X_2 - X_1)$

La largeur $X_2 - X_1$ dépend du niveau atteint par la contrainte lors du saut de l'obstacle. Elle dépend de la température et de la vitesse de traction. En conséquence, le volume d'activation est fonction des variables (T et g') ou (T et τ).

La surface $X_1 M P M' X_2$ constitue l'énergie d'activation W .

Par suite $\Delta H = W - V \tau \quad (4)$

L'équation (1) peut donc s'écrire :

$$g' = \gamma_0 \exp \frac{-(W - V \tau)}{(kT)} \quad (5)$$

L'obstacle est donc caractérisé par les deux grandeurs, enthalpie d'activation ΔH et le volume d'activation V . Il peut être généralement caractérisé par sa hauteur $b L \tau_{\max}$.

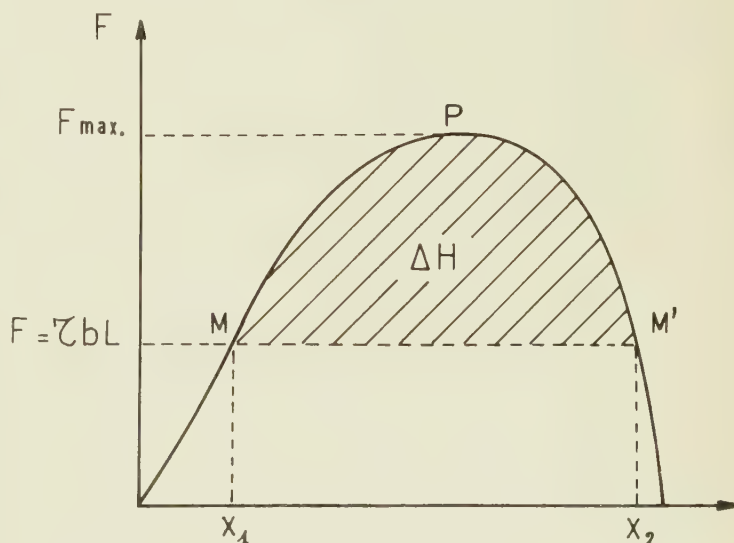


FIG. 22
Diagramme force-distance.

est la valeur maximale qui peut être atteinte par la contrainte, dans le cas où le franchissement de l'obstacle ne fait pas appel à l'agitation thermique.

3.1.1. - Calcul du volume d'activation

En dérivant l'équation (5) par rapport à τ , à température constante, on obtient :

$$\frac{\partial \text{Log } g'}{\partial \tau} \Big|_T = \frac{kT}{V} \quad (6)$$

en supposant que l'énergie d'activation W , le volume d'activation V et le terme préexponentiel γ_0 , sont à température constante indépendants de la contrainte τ .

La détermination expérimentale de V nécessite l'augmentation de la contrainte $\tau_2 - \tau_1$ résultant d'une augmentation à température constante de la vitesse de traction dans le rapport g'_2/g'_1 . D'où :

$$V = kT \left(\frac{\text{Log } g'_2/g'_1}{\tau_2 - \tau_1} \right)_T \quad (7)$$

3.1.2. - Calcul de l'enthalpie d'activation

En dérivant, l'équation (1) à contrainte constante, par rapport à la température on obtient :

$$\Delta H = kT^2 \left(\frac{\partial \text{Log } g'}{\partial T} \right)_\tau \quad (8)$$

en admettant que ΔH , ainsi que le terme préexponentiel sont indépendants de la température.

Par ailleurs, on peut écrire que la vitesse de déformation est une fonction de la température et de la contrainte, d'où :

$$\text{Log } g' = f(T, \tau)$$

ou

$$d \text{Log } g' = \left(\frac{\partial \text{Log } g'}{\partial \tau} \right)_T d\tau + \left(\frac{\partial \text{Log } g'}{\partial T} \right)_\tau dT$$

Dans le cas d'une déformation à vitesse constante :

$$\left(\frac{\partial \text{Log } g'}{\partial T} \right)_\tau = - \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{g'} \quad (9)$$

En combinant les équations (8) et (9), on obtient :

$$\Delta H = kT^2 \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{g'} \left(\frac{\partial \text{Log } g'}{\partial \tau} \right)_T \quad (10)$$

qui peut également s'écrire, en tenant compte de (6) :

$$\Delta H = - VT \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{g'} \quad (11)$$

Des essais à différentes températures effectués à la même vitesse permettent de déterminer la variation de la contrainte en fonction de la température et d'en déduire, par suite, à l'aide de l'équation (11), l'enthalpie d'activation du processus.

3.2. - Application du modèle

Le modèle exposé ci-dessus a été appliqué au cas de la déformation des monocristaux de titane. Les courbes des figures 23, 24, 25, 26 donnent, dans le cas de deux cristaux (b^3 et 3* de deux puretés différentes) les valeurs du volume d'activation et de l'enthalpie d'activation déterminés par application des formules (7) et (11) (cf. tableau IX).

3.2.1. - Volume d'activation.

Nous avons signalé précédemment que l'augmentation de la contrainte résolue $\Delta \tau$ pour une température donnée, résultant d'une augmentation donnée de la vitesse de traction, était indépendante de l'allongement imposé au

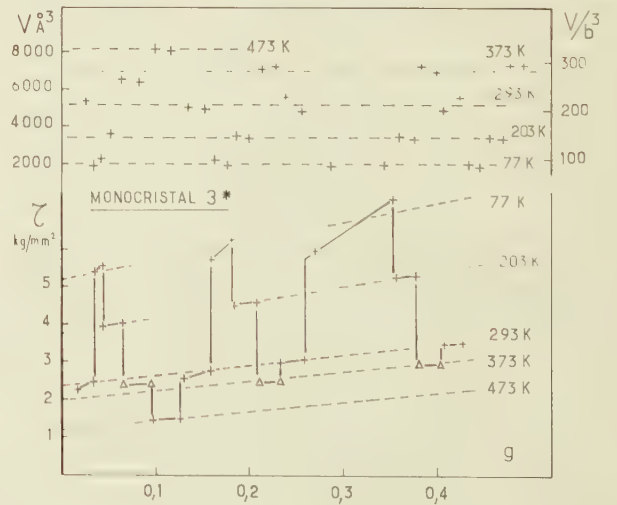


FIG. 23

volume d'activation calculé en plusieurs points de la courbe de traction donc pour différents taux d'écroutissage

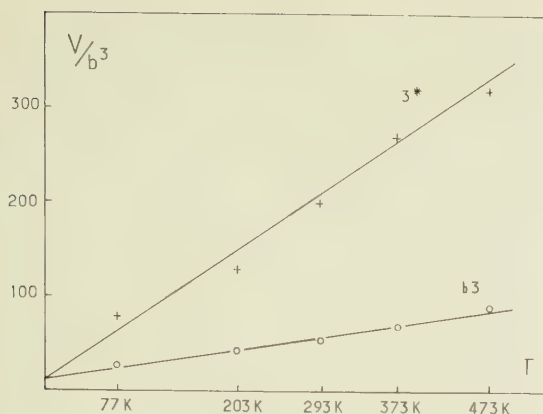


FIG. 24

Volume d'activation en fonction de la température.

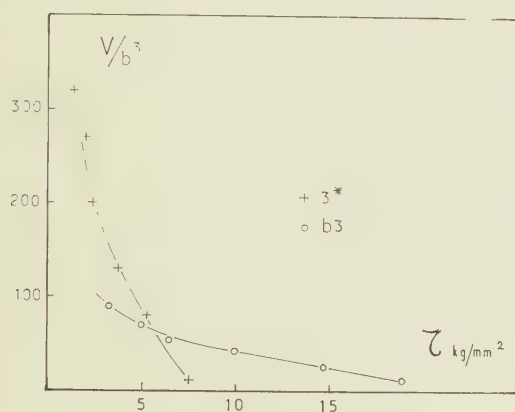


FIG. 25

Volume d'activation en fonction de la contrainte résolue.

crystal, c'est-à-dire de son degré d'écroutissage. Il en résulte, si l'on considère l'équation (7), que le volume d'activation est également, pour un cristal donné, indépendant de son degré d'écroutissage pour une température donnée.

Ceci est illustré sur la figure 23 pour le cristal 3*.

Le volume d'activation est alors fonction de la température, de la contrainte et de la pureté du matériau. D'après la figure 24 on constate que le volume d'activation croît linéairement lorsque la température s'élève. Le volume d'activation est, en outre, d'autant plus élevé que le métal est plus pur, ce qui est normal. Ce qui signifie que la contrainte est d'autant moins sensible à la vitesse de traction à une température donnée que le métal est plus pur.

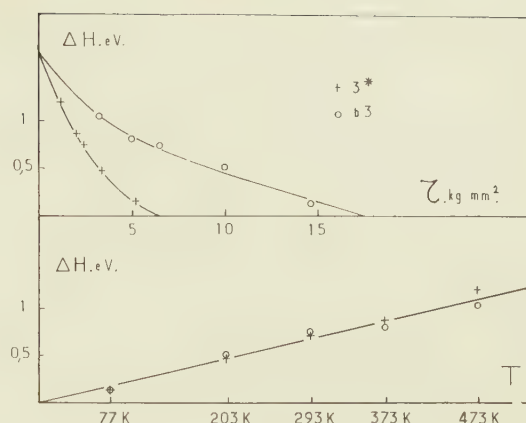


FIG. 26

Enthalpie d'activation en fonction de la température et de la contrainte.

La figure 25 donne la variation du volume d'activation à vitesse de traction constante en fonction de la contrainte pour les deux cristaux considérés, le volume d'activation décroît avec la contrainte.

D'après la formule (3) [$V = bL(X_2 - X_1)$], pour une dislocation de longueur L donnée, le volume d'activation est proportionnel à la largeur de l'obstacle correspondant à la valeur de la contrainte τ . Si l'on se réfère au diagramme de la figure 22 on voit que, lorsque la température s'élève, la contribution énergétique fournie par l'agitation thermique est plus importante et par suite la contrainte atteint un niveau plus faible qui correspond à une largeur d'obstacle plus élevée. La forme du diagramme permet donc d'interpréter l'augmentation du volume d'activation avec la température.

On voit également que la largeur de l'obstacle et donc le volume d'activation sont d'autant plus faibles que la contrainte atteint un niveau plus élevé. On interprète ainsi, à l'aide du diagramme de la figure 22, la décroissance du volume d'activation lorsque la contrainte s'élève (fig. 25). La valeur maximale que peut atteindre la contrainte est celle qui correspond à la hauteur de l'obstacle ($\tau_{\max}$): elle est atteinte lorsque la contribution due à l'agitation thermique devient nulle (c'est-à-dire au zéro absolu).

3.2.2. - Enthalpie d'activation.

La figure 20 donne la décroissance de la contrainte résolue de glissement facile τ_r en fonction de la température. La mesure de la pente de ces courbes $\left(\frac{\partial \tau}{\partial T}\right)_\varepsilon$, permet par ap-

plication de la formule (11) et compte tenu des valeurs du volume d'activation précédemment déterminées de calculer l'enthalpie d'activation ΔH . Cette enthalpie d'activation est une fonction de la température, de la contrainte et de la pureté du métal.

D'après la formule (1), *à vitesse de traction g' constante, l'enthalpie d'activation ΔH doit varier linéairement avec la température si le terme préexponentiel γ_0 est constant dans le domaine de température considéré.* Les résultats expérimentaux confirment une croissance linéaire de l'enthalpie d'activation en fonction de la température (fig. 25), *ce qui indique que dans le domaine de température considéré, un seul mécanisme thermiquement activé est responsable du freinage des dislocations.* L'enthalpie d'activation trouvée est la même pour les deux puretés considérées. ΔH représente la contribution énergétique fournie par l'agitation thermique. Au zéro absolu, celle-ci devenant nulle, ΔH doit s'annuler également.

A chaque température correspond une valeur de la contrainte résolue de glissement facile. L'enthalpie d'activation peut donc également être reportée en fonction de la valeur de la contrainte résolue (fig. 26).

L'enthalpie d'activation décroît lorsque la contrainte s'élève. Elle devient nulle lorsque la contrainte atteint son niveau maximum ($\tau_{\max}$), ce qui correspond au cas où la totalité de l'énergie doit être fournie sous forme de travail mécanique (zéro absolu).

A l'inverse, sous contrainte nulle ($\tau = 0$), l'enthalpie d'activation ΔH (d'après l'équation 4) devient égale à W . La totalité de l'énergie nécessaire pour franchir l'obstacle doit être fournie par l'agitation thermique. Par extrapolation de la courbe (fig. 26), on obtient une valeur de l'énergie W de l'ordre de 1,7 eV, indépendante de la pureté.

3.3. - Discussion

Dans l'exploitation mathématique des données concernant la déformation des matériaux à basses températures, il est d'usage de considérer que la contrainte appliquée τ comporte deux termes : une composante thermique et une composante athermique. Habituellement, l'exploitation mathématique est appliquée à la composante thermique seule.

Or, d'après nos résultats, concernant la déformation de monocristaux de titane, on

constate une décroissance continue de la contrainte résolue de glissement, lorsque la température s'élève, sans qu'il soit évident que celle-ci atteigne une valeur limite à hautes températures. On doit donc conclure que la composante athermique de la contrainte, si elle existe, est très faible. Aussi dans les calculs, nous avons considéré que la composante activée thermiquement était sensiblement égale à la contrainte résolue.

Le traitement mathématique nous a permis de déterminer les paramètres d'activation (volume et enthalpie d'activation) caractérisant le glissement prismatique de monocristaux de titane.

Avant de tirer des conclusions des valeurs obtenues, il convient également de rappeler que les formules mathématiques utilisées pour calculer V (expressions 6 et 7) et ΔH (expression 11) ne sont en fait qu'approchées. L'établissement de ces formules suppose en fait que lors de la dérivation, l'énergie d'activation W , le volume d'activation V et le terme préexponentiel γ_0 sont indépendants de la contrainte τ et de la température, ce qui, en général, n'est pas le cas. Un établissement plus correct des formules mathématiques ne peut se faire que dans chaque cas précis où l'on définit le mécanisme qui contrôle la cinétique.

Ces restrictions étant faites, les conclusions suivantes peuvent être dégagées :

1° *La variation du volume d'activation et de l'enthalpie d'activation avec la température (figures 24 et 26) indique qu'un processus unique activé thermiquement contrôle la cinétique de la déformation dans le domaine de température étudié (77 K - 473 K).*

Levine²³ et Evans²⁸ étudiant la déformation plastique du titane ou d'alliages de titane, sur des monocristaux ou des polycristaux, observaient une cassure sur les courbes donnant le volume d'activation ou l'enthalpie d'activation en fonction de la température. Ils en concluaient que des mécanismes différents contrôlaient la déformation à basses températures (en dessous de 220 K environ) et à plus hautes températures. Ce fait n'est pas retrouvé dans notre étude.

2° L'énergie totale W , caractérisant le type d'obstacle qui s'oppose au déplacement libre des dislocations est de l'ordre de 1,7 eV. Elle est indépendante de la pureté. La hauteur de l'obstacle ou valeur maximale que peut atteindre la contrainte de cisaillement, $\tau_{\max}$, en

l'absence de fluctuations thermiques (contrainte résolue de glissement au zéro absolu) est nettement dépendante de la pureté du métal. Elle est ainsi de 18 kg/mm² pour le cristal b^3 et de 7 kg/mm² pour le cristal 3* de pureté plus élevée.

Les différents mécanismes que l'on peut envisager comme déterminant la cinétique de la déformation sont :

1° Le franchissement des « barrières » de Peierls.

2° L'intersection de la forêt de dislocations par les dislocations en mouvement.

3° Le glissement dévié.

4° Les interactions dislocations-impuretés.

1° On admet que le franchissement d'une barrière de Peierls par une dislocation est initié par le passage d'une partie de segment de dislocations d'une position d'équilibre à la position immédiatement voisine. Ce segment de dislocation est appelé « décrochement » (ou kink) et doit, pour être stable, avoir une longueur minimum w .

Le modèle établi par Lothe et Hirth^{29, 30} pour un tel mécanisme conduit à la relation suivante, donnant la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation.

$$\left(\frac{\partial \text{Log } g'}{\partial \tau} \right)_T = \frac{1}{\tau} + \frac{1,624 \, b^2 \, w}{kT}$$

où τ est la contrainte. On peut ainsi calculer à l'aide de cette formule, d'après nos résultats expérimentaux, les valeurs de w . Les valeurs obtenues ainsi pour w , largeur minimum d'un « décrochement » stable sont en fait beaucoup trop élevées pour que l'on puisse retenir l'hypothèse d'un tel mécanisme (on trouve, en effet à 300 K des valeurs w qui sont respectivement de 95 Å pour le cristal b^3 , de 360 Å pour le cristal 3*). La théorie estime que la largeur du décrochement w doit être de l'ordre de $10b$, soit, dans le cas du titane, de l'ordre de 30 Å. Les valeurs de l'énergie de formation d'un « décrochement » U_k que l'on pourrait calculer à l'aide des formules théoriques, ainsi que les volumes d'activation observés expérimentalement ($V \simeq 1,624 \, b^2 \, w$) sont également trop élevées pour être compatibles avec l'hypothèse du mécanisme de Peierls-Nabarro.

En outre, la très grande dépendance présentée par le volume d'activation vis-à-vis du

facteur pureté ne peut s'interpréter dans le cadre d'une telle hypothèse.

2) Par ailleurs, on ne peut non plus retenir l'hypothèse que la cinétique de déformation soit contrôlée par le processus d'intersection des dislocations avec les « arbres » de la « forêt ». En effet, dans ce cas, le volume d'activation est donné par la formule :

$$V = lbx \text{ (cf. Basinski }^{31})$$

où l représente la distance moyenne entre deux arbres et x la distance que doit parcourir la dislocation pour réaliser l'intersection. Si l'on considère que x est de l'ordre de b , que la densité de la forêt est $N = \frac{l^2}{1}$, on en déduit que N est de l'ordre de $\left(\frac{b^2}{V} \right)^2$.

Les volumes d'activation observés conduisent à des densités de la forêt trop élevées pour que ce mécanisme puisse être considéré comme vraisemblable (pour le cristal 3*, à température ambiante, la valeur $V/b^3 = 200$, correspondrait à une densité de la forêt de l'ordre de $N = 3 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$, valeur inacceptable pour l'état recuit (voir chapitre V).

En outre, si ce mécanisme était opérant, le volume d'activation devrait décroître lorsque la densité de dislocations à intersecter augmente. On devrait ainsi observer une décroissance du volume d'activation lorsque l'écroutissage augmente. Ce fait est en contradiction avec le cas observé, où le volume d'activation à une température donnée est sensiblement indépendant de l'écroutissage.

3) Selon la théorie de Friedel³² les parties coins de dislocations contenues dans le plan prismatique glissent aisément dans ce plan. Par contre, les segments vis tendent à se dissocier dans le plan de base, pour donner naissance à deux dislocations partielles séparées par un ruban de faute, car cette dissociation correspond à une diminution d'énergie. Une ligne de dislocations comportant des segments vis dissociés ne peut alors se déplacer dans le plan prismatique qu'après recombinaison des segments dissociés. On montre (3c) que dans le cadre de ce modèle, la quantité $1/\tau T$ devrait décroître d'une manière presque linéaire avec $1/T$. La variation de la contrainte de cisaillement avec la température que l'on observe n'est pas en accord avec ce modèle. Ce mécanisme ne peut donc être retenu.

4) Les faits observés sont donc incompatibles avec les trois mécanismes envisagés ci-dessus. Les valeurs expérimentales des vo-

lumes d'activation sont trop élevées. Le volume d'activation est, en outre, très sensible à la pureté. Les courbes de décroissance de la contrainte lorsque la température s'élève [$\tau = f(T)$] voient leur forme altérée par le facteur pureté : elles ne se déduisent pas l'une de l'autre par une simple translation selon l'axe des τ , ce qui s'observerait si l'influence de la pureté n'affectait que la partie athermique de la contrainte.

Il semble qu'en conclusion le facteur essentiel qui limite la vitesse de déplacement des dislocations au cours de la déformation des monocristaux de titane sont les interactions entre dislocations mobiles et les impuretés (effet d'ancrage des dislocations sur des pré-

cipités, ou interaction entre dislocations et éléments interstitiels, tels que l'oxygène et l'azote).

Cette conclusion rejoint les déductions de Conrad³³, pour lequel les interactions entre dislocation et interstitiels seraient responsables de la dynamique de la déformation des métaux hexagonaux tels que Ti et Zr. Elle est en accord avec les conclusions de l'étude plus récente effectuée par See et Higgins³⁴ sur la déformation de monocristaux d'alliages zirconium-oxygène (teneurs en oxygène comprises entre 135 et 2 000 ppm). Pour ces auteurs, les atomes interstitiels d'oxygène constituent, au-dessous de 300 K, l'obstacle principal au glissement des dislocations.

CHAPITRE IV

Déformation par traction du zirconium et du titane polycristallins à différentes températures

1. — CONDITIONS OPÉRATOIRES

Ces études ont été menées en parallèle sur du zirconium Van Arkel de haute pureté (dont l'analyse est donnée au premier chapitre, tableau I), ainsi que sur du titane d'origine électrolytique refondu par bombardement d'électrons (nuance B, analyse tableau II, chapitre I).

Ces métaux ont été laminés unidirectionnellement à la température ambiante par une succession de petites passes jusqu'à un taux de réduction en épaisseur, $\frac{e_0 - e}{e_0}$, de 98 % environ.

Les éprouvettes de traction sont découpées à l'aide d'un emporte-pièce, soit parallèlement à la direction de laminage (« D. L. »), soit perpendiculairement à celle-ci selon la direction transverse (« D. T. »). Les éprouvettes (lon-

gueur utile 30 mm, largeur 4 mm, épaisseur 0,4 mm) après polissage chimique, ont été recuites sous un vide de 10^{-6} torr durant une heure à 800 °C. Ces éprouvettes possèdent donc l'orientation préférentielle du métal recristallisé.

Le diamètre moyen du grain est du même ordre de grandeur pour les deux métaux : 80 μ pour le zirconium, 45 μ pour le titane.

Les tractions sont effectuées sur machine Instron, dans une gamme de température s'étendant de 77 K à 473 K. La déformation est effectuée à vitesse constante

$$(v_t = 1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}).$$

Nous n'avons donc pas fait d'étude de la sensibilité de la contrainte à la déformation et par conséquent de détermination du volume d'activation associé au processus de déformation.

Les observations au microscope optique des éprouvettes après traction, nous ont permis d'analyser la contribution des différents modes de glissement et de maillage au processus global de déformation.

2. — TEXTURES DE DÉFORMATION ET DE RECRISTALLISATION

L'interprétation des propriétés mécaniques du zirconium et du titane nécessite de connaître les orientations préférentielles provoquées par le laminage unidirectionnel et le recuit.

De l'existence de textures de recristallisation résultent, en effet, une anisotropie mécanique du métal et un comportement différent selon que les éprouvettes de traction sont prélevées « en long » ou en « travers ».

Les textures de laminage et de recuit du zirconium ont fait l'objet d'un certain nombre d'études^{35, 36, 37, 38, 39, 40}. L'étude de Demars³⁹ effectuée dans notre laboratoire, conduit à la définition suivante :

Texture de laminage à froid :

plan (0002) incliné de $\pm 32^\circ$ sur le plan de laminage;

direction $[10\bar{1}0]$ parallèle à la direction de laminage;

Texture de recristallisation (recuit de 1 h à 800°C après laminage) :

plan (0002) incliné de $\pm 32^\circ$ sur le plan de laminage;

direction $[11\bar{2}0]$ parallèle à la direction de laminage.

Nous avons analysé la texture développée par le laminage à froid, dans le cas du titane et étudié l'évolution de cette texture au cours du recuit de 1 heure à 620°C .

La méthode utilisée est la méthode radio-cristallographique classique : méthode de Debye-Scherrer, en transmission (rayonnement K_α du cuivre) : les échantillons soumis à l'examen aux rayons X ont été prélevés dans des tôles de 10/100 de millimètre d'épaisseur, amincies par polissage chimique jusqu'à l'épaisseur de 4/100. Les anneaux de diffraction $(10\bar{1}0)$ et (0002), enregistrés sur film plan correspondant respectivement aux angles de Bragg θ de $17^\circ55'$ et $19^\circ21'$. Six clichés ont été obtenus avec le faisceau de rayons X perpen-

diculaires à la direction de laminage verticale et incliné successivement de $0, 10, 20, 30, 40$ et 50° sur la normale au plan de laminage. Une seconde série similaire de clichés a été prise autour de la direction transverse ver-

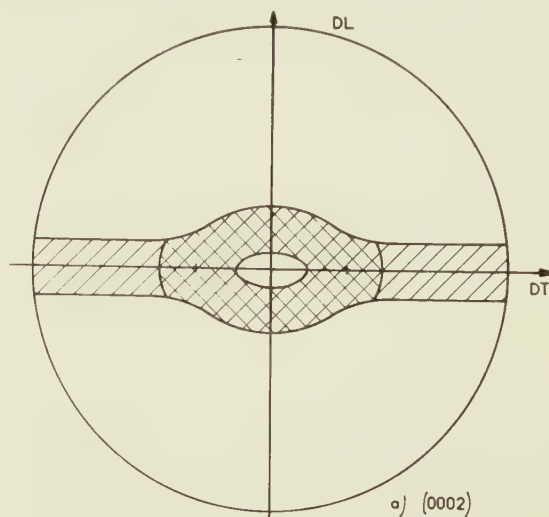


FIG. 27 a

Figure de pôles (0002) du titane laminé à 98 %.

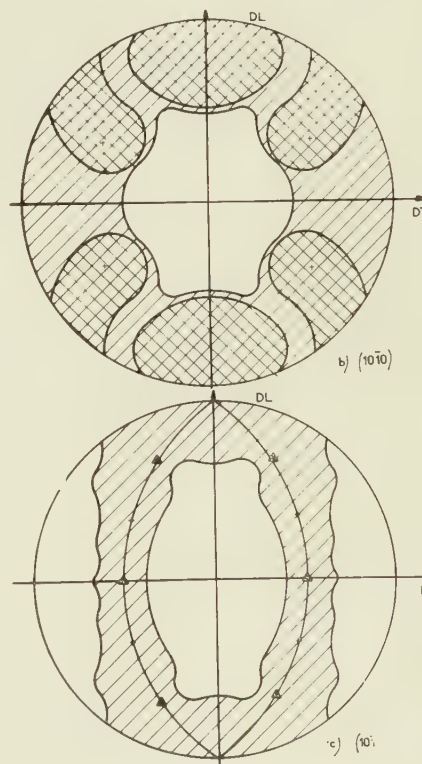


FIG. b et c

Figure de pôles $(10\bar{1}0)$ du titane

b) Laminé à 98 %.

c) Recuit 1 h à 620°C .

ticale. On en déduit les deux figures de pôles correspondant aux deux plans cristallographiques cités. Des clichés supplémentaires en incidence rasante (angles d'incidence 60, 70 et 80°) ont été effectués afin d'étudier la zone centrale des figures de pôles laissée inexplorée par les diagrammes en transmission.

A l'état laminé, les pôles du type (0002) (fig. 27 a) se localisent uniquement le long de la direction transverse, avec une densité plus notable en deux positions symétriques situées à $\pm 35^\circ$ du centre de la projection. Le plan de base de l'hexagone est donc parallèle à la direction de laminage et incliné de $\pm 35^\circ$ sur le plan de laminage. La dispersion selon l'axe transverse est cependant très importante.

Cette inclinaison du plan de base reste inchangée après recuit du métal.

La figure de pôles (1010) (fig. 27 b) témoigne d'une grande dispersion dans la répartition des pôles relatifs à ce plan. On note cependant une prépondérance de leur distribution aux extrémités du diamètre vertical et d'une manière plus générale autour des six positions « idéales » indiquées sur la figure par des croix. Ces positions correspondraient à la texture : (0001) $\pm 35^\circ$ de PL, $[10\bar{1}0] \parallel DL$.

A l'état recuit (1 h à 620 °C), la figure de pôles (1010) (fig. 27 c) est très modifiée. Elle présente une dispersion bien moindre. Les régions à haute densité de pôles s'alignent selon les deux méridiens $\pm 35^\circ$ tracés sur la figure et qui correspondent aux tracés du plan (0002) sur le plan de projection.

La texture idéale de laminage est schématisée par les croix.

La texture idéale de recuit, définie ainsi : (0002) à $\pm 35^\circ$ de PL; $[11\bar{2}0] \parallel DL$ est schématisée par les triangles.

A la précision de l'évaluation des densités optiques sur les films photographiques, il n'est pas possible de conclure à une localisation précise des pôles (1010) en un point quelconque des méridiens $\pm 35^\circ$.

La texture de recuit correspond donc à un mélange de deux composantes texture de laminage (schématisée par les croix), texture de recuit (schématisée par les triangles). La texture idéale de recuit définie plus haut n'est donc pas atteinte dans le cas du titane, contrairement à ce qui s'observe dans le cas du zirconium.

Ces résultats sont, en gros, en accord avec ceux des études antérieures^{41, 42, 43, 44}, ainsi qu'avec l'étude plus récente de Hsun Hu et Cline⁵. Ces derniers auteurs ont fait une analyse détaillée des textures du titane en utilisant un goniomètre à compteur à scintillation. Ils ont ainsi montré que la texture se modifie et devient plus marquée lorsque la température de recuit et la durée de recuit augmentent.

3. — RÉSULTATS CONCERNANT LES ESSAIS DE TRACTION

Les courbes de traction donnent la variation de la contrainte d'écoulement en fonction de l'allongement. Elles traduisent l'effet de consolidation, c'est-à-dire la tendance que présente le métal à résister à une déformation ultérieure. Il est d'usage, dans une exploitation mathématique des courbes de traction, d'exprimer la déformation en terme de déformation rationnelle ou logarithmique ϵ et de contrainte vraie σ .

Si F est la charge appliquée en tension, S₀ et L₀ la section et la longueur initiale de l'éprouvette, L sa longueur après un allongement $\Delta L = L - L_0$, la contrainte vraie est définie comme la charge appliquée rapportée à la section à l'instant considéré, soit :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \frac{L}{L_0}$$

et l'allongement rationnel la quantité :

$$\epsilon = \text{Log} \frac{L}{L_0}$$

Différentes équations mathématiques^{20, 45} ont été proposées pour exprimer la relation entre σ et ϵ . Nous avons ici utilisé la fonction puissance, écrite sous la forme :

$$\sigma = \sigma_0 + K \epsilon^n$$

σ_0 est la limite élastique définie sur les courbes par la tension au delà de laquelle la contrainte n'est plus proportionnelle à l'allongement. K et n sont des constantes, n est appelé facteur de consolidation : il caractérise le comportement plastique du matériau.

La relation puissance, écrite ci-dessus, définit une droite si la quantité $\sigma - \sigma_0$ est reportée en fonction de l'allongement rationnel



FIG. 28

Zirconium D. L. déformé de 20 % par traction
à température ambiante. Repère de 100 μ .



FIG. 29

Zirconium D. T. déformé de 7,5 % par traction
à température ambiante, puis poli chimiquement ;
repère de 100 μ .

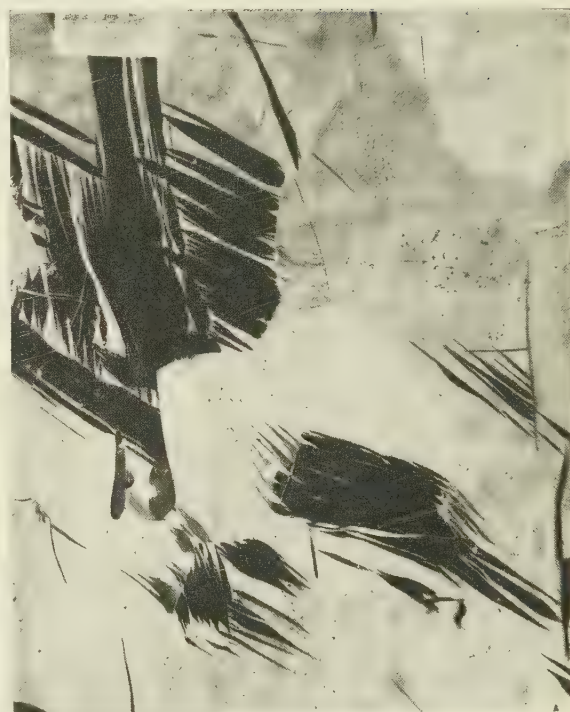


FIG. 30

Titane D. T. déformé de 6 % par traction à
température ambiante, puis poli chimiquement.
Repère de 100 μ .

ε sur un graphique bilogarithmique. La pente de la droite est le coefficient de consolidation n .

3.1. - Essais à température ambiante (293 K)

A la température ambiante, pour les éprouvettes de zirconium découpées selon la direction de laminage, le glissement prismatique intervient comme mode de déformation unique (fig. 28). L'orientation des grains, correspondant à la texture de recristallisation, est en effet favorable au glissement prismatique^{9, 46}. Le facteur de Schmid est élevé (0,433) pour cette texture.

Les éprouvettes découpées selon la direction transverse, présentent, par contre, une certaine mais faible contribution du maillage selon les plans $\{10\bar{1}2\}$ (macles lenticulaires), ainsi que parfois selon les plans $\{1121\}$ (macles fines) (ex. fig. 29). Du fait de la texture, les cristaux sont, du point de vue du glissement prismatique, moins favorablement orientés vis-à-vis de la direction de traction.

Pour le titane, bien que la déformation se fasse dans une très large mesure par glissement prismatique, on constate une participation du maillage $\{10\bar{1}2\}$ même dans le cas des éprouvettes découpées selon la direction de laminage. Celle-ci est plus importante dans le cas des éprouvettes transverses (fig. 30).

Dans le cas des éprouvettes longitudinales, la ductilité du titane (allongement au maximum de charge de 40 %, soit $\varepsilon = 0,35$) est supérieure à celle du zirconium (allongement au maximum de charge de 25 %, soit $\varepsilon = 0,23$).

La limite élastique du titane ($\sigma_0 = 8 \text{ kg/mm}^2$) et la contrainte maximale correspondant au début de striction ($\sigma_s = 37 \text{ kg/mm}^2$) sont supérieures aux valeurs correspondantes pour le zirconium

$$(\sigma_0 = 2,8 \text{ kg/mm}^2 \text{ et } \sigma_s = 7,7 \text{ kg/mm}^2)$$

(voir tableau X).

Les coefficients de consolidation n sont voisins pour ces deux métaux. La valeur est de 0,5 pour les éprouvettes longitudinales. Elle correspond donc à une loi parabolique de durcissement. Pour les éprouvettes transverses, n est de l'ordre de 0,37 dans le cas du zirconium et de 0,23 dans le cas du titane.

Les caractéristiques mécaniques à température ambiante mettent en évidence l'anisotropie des tôles laminées et recuites⁴⁷. La contrainte d'écoulement, correspondant à un allongement donné, est toujours, pour ces deux métaux, plus élevée selon la direction transverse que selon la direction de laminage. La ductilité (ou allongement au début de striction) est nettement plus faible selon la direction transverse.

Le titane donne lieu, le long de la direction transverse, à une striction importante.

3.2. - Essais de traction à température supérieure à l'ambiante

Les essais de traction à 373 K et 473 K montrent peu d'évolution par rapport à ceux effectués à la température ambiante. Les contraintes d'écoulement sont plus faibles, mais la ductibilité (allongement à la striction) reste sensiblement la même (fig. 36, 37, 38, 39).

La déformation se produit essentiellement par glissement prismatique pour les deux métaux. Un nombre très réduit de macles $\{10\bar{1}2\}$ s'observe cependant à 373 K dans le cas du titane. Le basculement des grains les uns par rapport aux autres est très important (fig. 31).

Les coefficients de consolidation sont plus faibles qu'à température ambiante : n est de l'ordre de 0,4 pour le zirconium, de 0,26 pour le titane. On doit noter qu'à ces températures les phénomènes de restauration peuvent être déjà sensibles par suite de l'élimination des défauts ponctuels et d'un début de réarrangement des dislocations⁴⁸ (cf. chap. I, restauration et recristallisation).

3.3. - Essais de traction à basse température

A la température d'ébullition de l'azote liquide (77 K), le glissement prismatique est toujours, dans une très large mesure, le mécanisme responsable de la déformation du zirconium. Seules, quelques macles isolées $\{10\bar{1}2\}$ et $\{11\bar{2}1\}$ apparaissent dans certains grains dans le cas des éprouvettes longitudinales (fig. 32). La participation du maillage $\{1121\}$ devient très importante à cette température dans le cas des éprouvettes transverses (fig. 33, macles en zig-zag).

TABLEAU X

Zirconium					
		σ_0 kg/mm ²	σ_s kg/mm ²	ε_s ALLONGEMENT rationnel au début de la striction	n de $\sigma = \sigma + K\varepsilon^n$
77 K	DL	4	21	0,25	0,58
	DT	7	31	0,20 Ar 36 %*	0,6
203 K	DL	3,7	9	0,15	0,45
	DT	5,8	12	0,15 Ar 38 %*	0,41
293 K	DL	2,8	7,7	0,23	0,48
	DT	5	10	0,18 Ar 32 %*	0,37
373 K	DL	2,4	6,2	0,2	0,40
	DT	4	8	0,16 Ar 32 %*	0,35
473 K	DL	1,8	5,2	0,22	0,42
	DT	2,4	5,8	0,15	0,37
Titane B					
77 K	DL	20	85	0,38	1
	DT	27	84	0,38	0,6
203 K	DL	12	53	0,38	0,7
	DT	15,5	53	0,33	0,45
293 K	DL	8	37	0,35	0,51
	DT	13,5	28	0,1	0,23
373 K	DL	5	18	0,24	0,24
	DT	12,5	19	0,06 Ar 24 %*	0,2
473 K	DL	4,2	11,5	0,2	0,26
	DT	7	12	0,07 Ar 20 %*	0,19
* Allongement à la rupture sans tenir compte de la réduction de section due à la striction.					

Le glissement prismatique et, à un degré moindre, le maclage $\{10\bar{1}2\}$ restent les modes de déformation principaux des éprouvettes longitudinales de titane.

Pour les éprouvettes transverses, la déformation débute par le glissement prismatique et le maclage $\{1121\}$ (fig. 34), puis pour des taux de déformation plus élevés, le maclage $\{10\bar{1}2\}$ entre en jeu.

Durant la traction, la formation des macles se traduit par un bruit caractéristique et elle se manifeste également par des décrochements (chute brutale de la charge) sur les courbes de traction.

L'examen des courbes de traction rationnelles, relatives à la température de l'azote liquide (fig 36 et 37), montre que la limite élastique et la contrainte d'écoulement sont



FIG. 32
Zirconium D. L. déformé de 28 % par traction
à 77 K. Repère de 100 μ .



FIG. 34
Titane D. T. déformé par traction à 77 K.
Repère de 100 μ .



FIG. 31
Titane D. L. déformé de 20 % par traction à
373 K. Repère de 100 μ .



FIG. 33
Zirconium D. T. déformé de 20 % par traction
à 77 K. Repère de 100 μ .

nettement supérieures à celles observées à la température ambiante. Cependant, la ductilité n'est pas diminuée. L'allongement correspondant à la charge maximale (ϵ_s) est notablement augmenté, particulièrement dans le cas des éprouvettes de titane (fig. 39).

On peut penser que cette augmentation de la ductilité résulte de la mise en jeu à basses températures d'un mode de déformation supplémentaire, le maclage {1121}, dont la contribution devient importante dans les éprou-

vettes transverses. Cette conclusion rejoint l'interprétation proposée par Reed-Hill ⁴⁶ pour le zirconium. Cet auteur a également montré qu'une prédéformation du zirconium à 77 K pouvait augmenter la ductilité de ce métal à température ambiante. Nous avons constaté, dans le cas d'éprouvettes transverses, qu'une prédéformation de 5 % à 77 K conduisait à un allongement supplémentaire à la température ambiante de 15 % pour le zirconium et de 7 % pour le titane (fig. 35 a et 35 b).

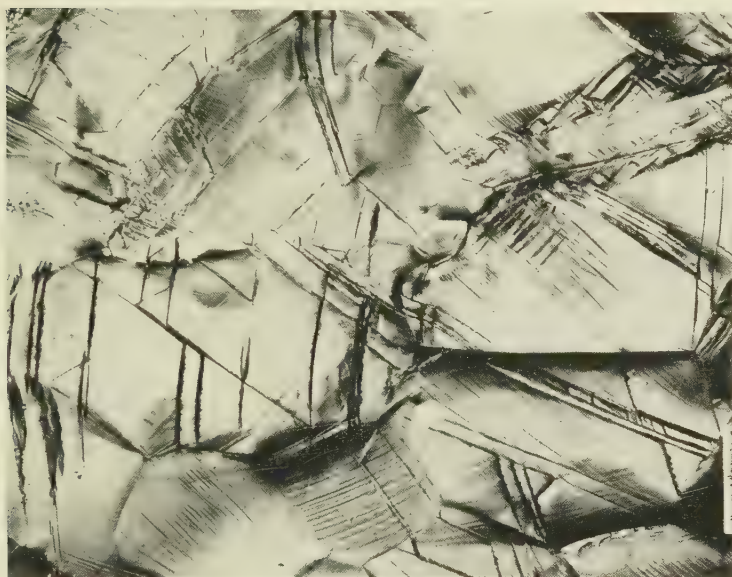


FIG. 35 a

Titane D. T. déformé de 6 %
par traction à 77 K.
Repère de 100 μ .

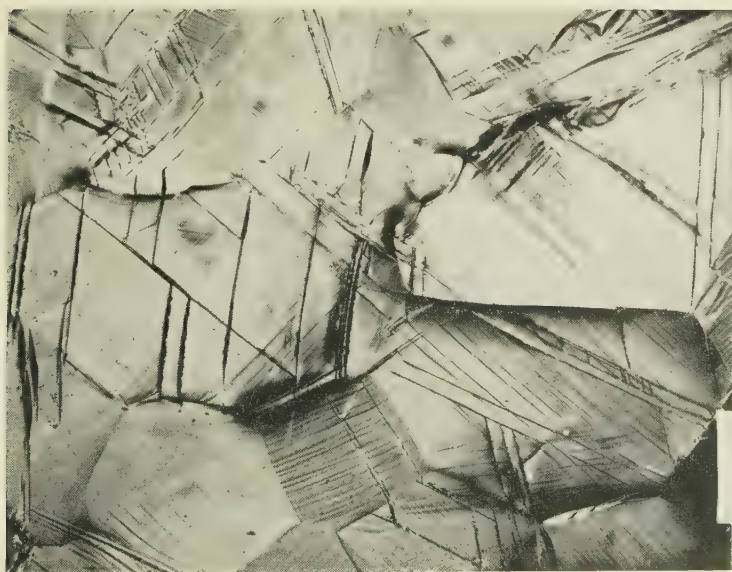


FIG. 35 b

Titane D. T. déformé de 6 %
par traction à 77 K,
puis de 7 % à température ambiante
(même éprouvette). Repère de 100 μ .

A la température de l'azote liquide, pour le zirconium, le coefficient de consolidation est de $n = 0,58$ dans le cas des éprouvettes longitudinales, et de $n = 0,6$ pour les éprouvettes

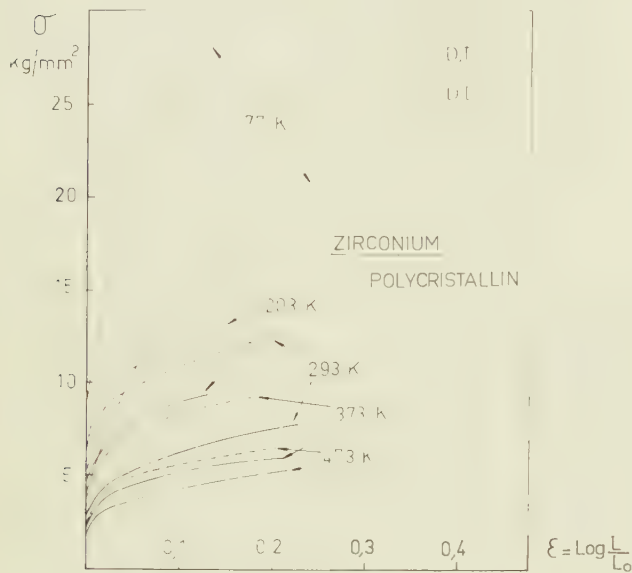


FIG. 36

Courbes de traction rationnelles pour le zirconium polycristallin.

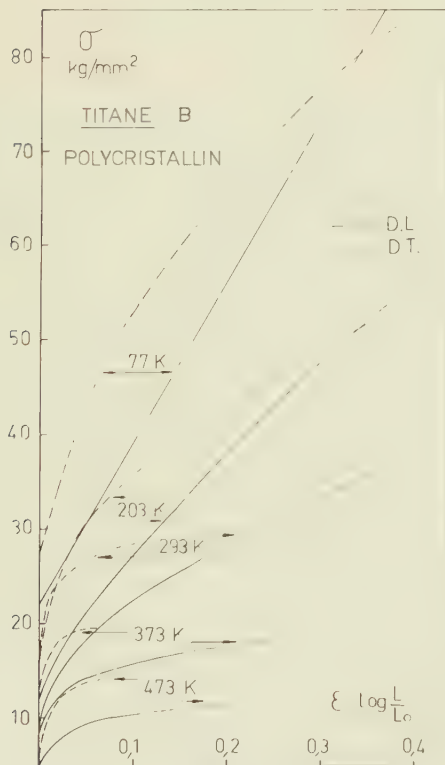


FIG. 37

Courbes de traction rationnelles pour le titane polycristallin.

transverses (fig. 38). Pour le titane, le coefficient de consolidation est de 0,6 selon la direction transverse. Les éprouvettes découpées selon la direction de laminage présentent une consolidation plus élevée, correspondant à une loi linéaire ($n = 1$) (fig. 37 et 39), Wasilewski⁴⁸ avait également observé ce phénomène.

Nous avons en outre effectué des essais de traction à une température intermédiaire entre celle de l'azote liquide et la température ambiante, en opérant avec les éprouvettes plongées dans un bain d'acétone refroidi à 203 K. Les courbes rationnelles obtenues sont reportées sur les figures 36 et 37.

3.4. - Regroupement des résultats

Les courbes de traction rationnelles, relatives aux diverses températures, sont regroupées sur la figure 36 (cas du zirconium) et la figure 37 (cas du titane).

A toutes températures, la contrainte d'écoulement est plus élevée pour les éprouvettes découpées selon la direction transverse que pour celles prélevées selon la direction de laminage. On notera que, dans le cas des éprouvettes transverses, la charge croît très rapidement durant les premiers taux de déformation (inférieurs à 1 %, soit $\varepsilon = 0,01$), alors que l'augmentation de la contrainte est plus progressive selon la direction longitudinale.

La différence de comportement des éprouvettes selon leur direction de prélèvement

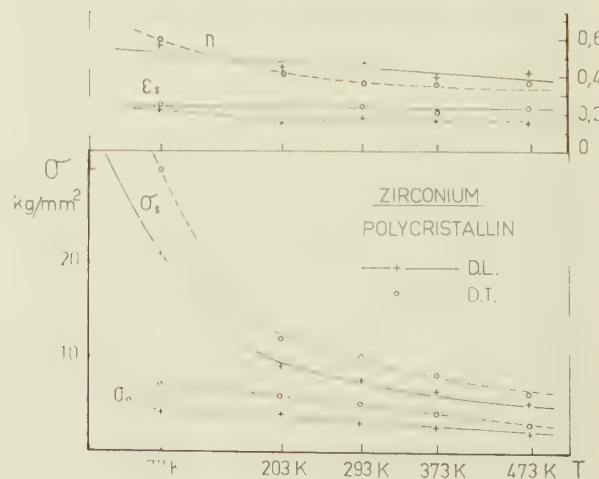


FIG. 38

Variation des paramètres caractérisant la déformation plastique du zirconium en fonction de la température.

s'explique par la texture présentée par le métal. Dans le cas des éprouvettes transverses, l'orientation préférentielle des grains vis-à-vis de l'axe de traction est peu favorable au glissement prismatique. Elles se déforment par glissement double et le maillage joue un rôle relativement important, surtout dans le cas du titane.

Les figures 38 et 39 regroupent les résultats obtenus en fonction de la température d'essai (cf. tableau X). La limite élastique σ_0 et la contrainte σ_s , correspondant à la charge maximale (ou début de la striction) diminuent lorsque la température s'élève. La décrois-

sance est beaucoup plus brutale pour la contrainte σ_s que pour la limite élastique. A la température de l'azote liquide, la contrainte σ_s est de l'ordre de 21 kg/mm² pour le zirconium et de 85 kg/mm² pour le titane.

Le coefficient de consolidation n diminue lorsque la température s'élève, assez faiblement dans le cas du zirconium, mais plus fortement dans le cas du titane.

L'allongement correspondant à la charge maximale ε_s (ou début de striction) varie peu avec la température dans le cas du zirconium. Pour le titane, il est plus élevé aux températures inférieures à 203 K qu'à la température ambiante.

Les deux métaux restent remarquablement ductiles à basses températures.

4. — INFLUENCE DE LA PURETÉ SUR LES CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES DU TITANE

Nous avons regroupé sur un même graphique (fig. 40) les courbes de traction rationnelles, établies à température ambiante et vitesse constante, dans le cas de titanes de diverses puretés. Il s'agit des quatre nuances A*, A, B et C qui ont définies au chapitre I. Ces essais de traction concernent des éprouvettes découpées parallèlement à la direction de laminage.

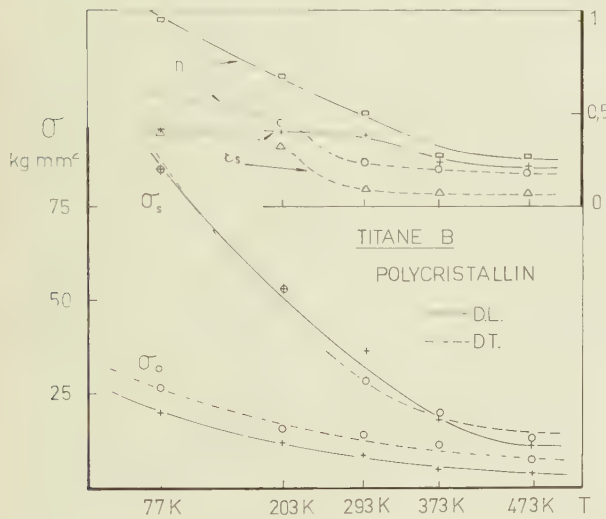


FIG. 39

Variation des paramètres caractérisant la déformation plastique du titane en fonction de la température.

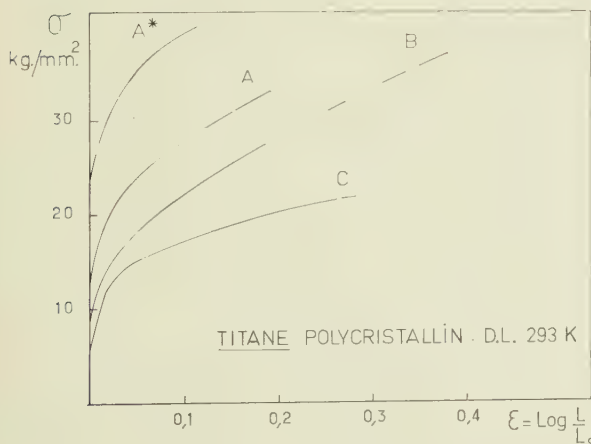


FIG. 40

Courbes de traction rationnelles à température ambiante (293 K) pour différentes puretés de titane.

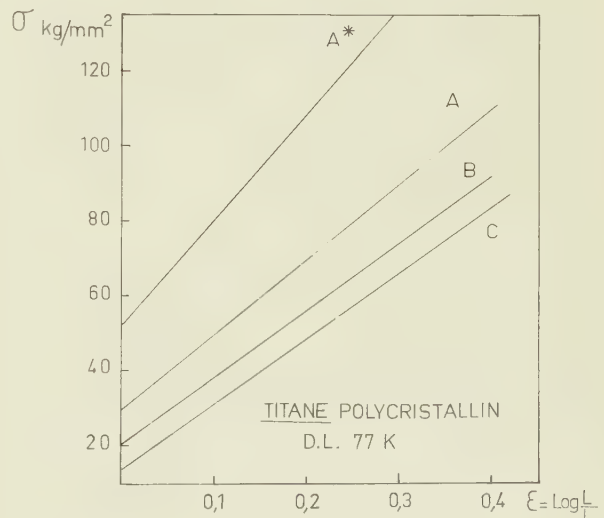


FIG. 41

Courbes de traction rationnelle à 77 K pour différentes puretés de titane.

On constate, sur la figure 40, que, lorsque la pureté s'élève, la contrainte d'écoulement correspondant à un allongement donné diminue. La ductilité tend à croître lorsque la pureté augmente. La figure 41 regroupe les courbes de traction rationnelles effectuées à la température de l'azote liquide pour ces quatre nuances. On constate que la consolidation suit une loi linéaire.

La constante K a la même valeur pour les trois nuances A, B et C.

Les positions respectives des courbes, à cette température, reflètent le classement de ces quatre nuances en fonction de leurs puretés.

Les deux nuances de titane A* et A (origine : procédé Kroll) donnent des courbes de traction sur lesquelles existe une petite discontinuité à la limite élastique. Les titanes B et C ainsi que le zirconium ne présentent pas ce phénomène (transition continue du domaine élastique au domaine plastique).

5. — SCISSION CRITIQUE POUR LE GLISSEMENT PRISMATIQUE

Il nous a paru intéressant de comparer les propriétés mécaniques observées sur du titane polycristallin aux caractéristiques mécaniques déterminées dans le chapitre précédent, dans le cas de monocristaux intéressants.

On peut en effet, en première approximation, assimiler le matériau polycristallin à un monocristal dont l'orientation correspondrait à la texture idéale. Cette approximation est en réalité assez grossière, car les orientations préférentielles obtenues par laminage et recuit présentent une dispersion assez importante, surtout dans le cas du titane.

La texture de recristallisation « idéale » du zirconium correspond au parallélisme entre la direction de laminage et une direction du type $\langle 1120 \rangle$. Le plan de base (0002) est incliné de $\pm 32^\circ$ sur le plan de laminage (5). Cette orientation correspond à un facteur de Schmid pour le glissement prismatique de 0,433, pour des éprouvettes de traction découpées parallèlement à la direction de laminage, et de 0,311 pour la direction transverse.

Nous utiliserons les mêmes valeurs dans le cas du titane, bien qu'en fait la texture

« idéale » de recristallisation ne soit pas atteinte et que les orientations préférentielles observées après recuit correspondent à un mélange entre les textures « idéales » de laminage et de recristallisation.

Compte tenu de ce facteur de Schmid, on peut déduire de la limite élastique observée sur les éprouvettes cristallines de zirconium et de titane la valeur de la scission critique correspondant à la mise en jeu du glissement prismatique. Les valeurs de ces scissions critiques, ainsi calculées, sont reportées en fonction de la température absolue dans le cas des deux nuances de titane B et C et du zirconium Van Arkel utilisés (fig. 42).

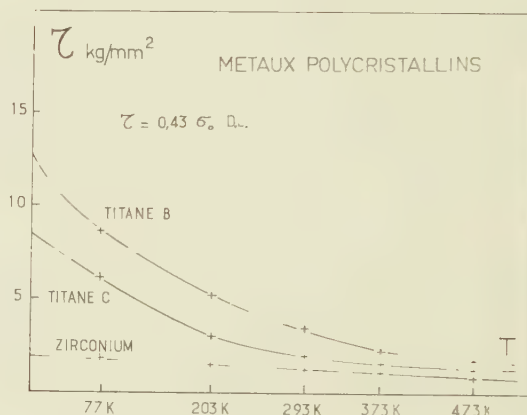


FIG. 42

Scission critique pour le glissement prismatique calculée pour des polycristaux de zirconium et de titane à différentes températures.

Si l'on compare les valeurs ainsi trouvées pour le titane polycristallin (fig. 42) à celles observées pour des monocristaux (chap. III, fig. 19), on constate que les scissions critiques sont assez peu différentes et que la décroissance de celles-ci, lorsque la température s'élève, est similaire dans les deux cas.

Les valeurs des scissions critiques déterminées sur monocristaux sont peu inférieures dans le cas du titane C aux valeurs observées sur les polycristaux et même supérieures dans le cas du titane B. Ce fait résulte très vraisemblablement d'une certaine pollution en oxygène du métal, lors des recuits de longue durée nécessaires à la fabrication des monocristaux (recuit de dix jours en phase α , sous vide). Cette hypothèse a été confirmée également par des mesures de résistivité électrique à basses températures, effectuées avant et après les recuits.

Les scissions critiques résolues, déduites d'essais sur polycristaux, devraient être normalement supérieures à celles valables pour des monocristaux. Dans le cas des polycristaux, la déformation est en effet complexe. Elle ne se produit que rarement par glissement prismatique simple. Le glissement double entre en jeu très tôt du fait que la sollicitation ne correspond pas à une contrainte uniaxiale. Il y a intervention du maclage pour les températures inférieures à la température ambiante. Enfin, il intervient des interactions entre grains adjacents dont les

orientations diffèrent (orientations « douces » et orientations « dures »). La limite élastique macroscopique sera imposée par le début de la déformation des orientations les plus « dures ».

Dans le cas du zirconium, la variation de la scission critique en fonction de la température est très faible. Il s'agit, en effet, d'un zirconium Van Arkel très pur, et l'on peut penser que, pour un degré de pureté identique, le titane aurait des propriétés mécaniques voisines avec des contraintes de traction aussi faibles.

CHAPITRE V

Etude par microscopie électronique en transmission de la structure écaillée du zirconium et du titane

1. — INTRODUCTION

Le but de ce dernier chapitre est d'apporter des compléments d'information à l'étude de la déformation par traction du zirconium et du titane polycristallins dont les résultats ont été exposés au chapitre précédent.

Il s'agit ici d'étudier, par microscopie électronique en transmission, l'évolution structurale de ces métaux au cours de la traction. Nous avons ainsi étudié la répartition des dislocations introduites par l'écaillage et déterminé les densités de dislocations.

Notre but était également de relier l'augmentation de la densité des dislocations créées aux variations d'autres grandeurs physiques caractéristiques telles que la résistivité électrique résiduelle, l'allongement rationnel ε et la contrainte de traction σ .

2. — ACCROISSEMENT DE LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE RÉSIDUELLE AU COURS DE L'ÉCAILLAGE^{49, 5}

Des éprouvettes de zirconium Van Arkel et de titane (nuance B) furent découpées parallèlement à la direction de laminage dans des tôles laminées à un taux de réduction de sec-

tion de 98 % environ, puis furent recuites sous vide durant 1 heure à 800 °C. Elles furent ensuite soumises à la traction à la température ambiante et à vitesse d'allongement constante ($v_t = 1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) pour divers taux d'allongement s'étendant jusqu'à la striction.

Les mesures de résistivité électrique furent effectuées à la température d'ébullition de l'hydrogène liquide (20 K), ce qui minimise la contribution de l'agitation thermique qui rendrait le phénomène inappréciable à la température ambiante. On détermine directement le rapport des résistances à 20 K et 273 K de chaque éprouvette à l'état recuit, puis après traction.

Des défauts ponctuels, lacunes et interstitiels sont également créés simultanément au cours de l'écaillage et sont susceptibles d'apporter une contribution non négligeable à l'augmentation de la résistivité électrique. Cependant, la majeure partie de ces défauts s'élimine à la température ambiante et l'on supposera, dans ce qui suit, que les défauts ponctuels subsistant dans le métal ont une influence mineure sur la résistivité. L'augmentation de résistivité observée sera attribuée uniquement aux dislocations.

On mesure ainsi la quantité

$$R = \left(\frac{\rho_{20 \text{ K}}}{\rho_{273 \text{ K}}} \right)_{\text{écaillé}} - \left(\frac{\rho_{20 \text{ K}}}{\rho_{273 \text{ K}}} \right)_{\text{recuit}}$$

La connaissance de la résistivité électrique à l'état recuit de ces deux métaux :

$$\rho_{298 \text{ K}} = 4,26 \cdot 10^{-7} \Omega \text{ m}$$

d'après ⁵¹ pour le zirconium et

$$\rho_{273 \text{ K}} = 4,3 \cdot 10^{-7} \Omega \text{ m}$$

d'après ⁵² pour le titane nous permet d'en déduire l'augmentation de la résistivité résiduelle :

$$\Delta \rho \simeq R \rho_{273 \text{ K}}$$

Compte tenu de la dispersion des résultats expérimentaux, on peut représenter en première approximation l'augmentation de la résistivité résiduelle $\Delta \rho$ par une relation linéaire en fonction de l'allongement rationnel :

$$\varepsilon = \text{Log} \frac{L}{L_0}$$

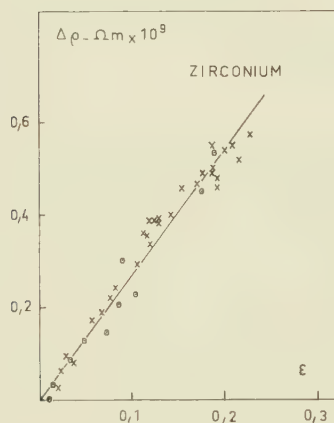


FIG. 43

Augmentation de la résistivité électrique à 20 K du zirconium en fonction de l'allongement rationnel.

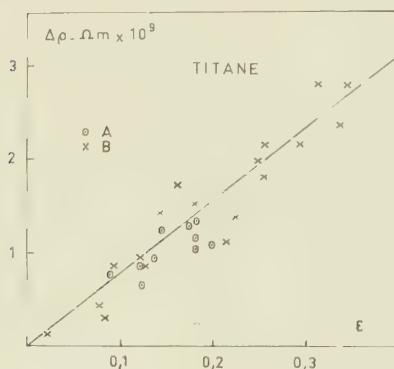


FIG. 44

Augmentation de la résistivité à 20 K du titane en fonction de l'allongement rationnel.

où L_0 et L représentent les longueurs des éprouvettes avant et après traction. Les équations des droites des figures 43 et 44 obtenues par la méthode des moindres carrés sont les suivantes, $\Delta \rho$ étant exprimé en ohms-mètres :

$$\text{— pour le zirconium : } \Delta \rho = 2,7 \cdot 10^{-9} \varepsilon$$

$$\text{— pour le titane : } \Delta \rho = 7,6 \cdot 10^{-9} \varepsilon.$$

La valeur trouvée pour le zirconium est très voisine de celle donnée par Pollard ⁵³.

3. — STRUCTURES D'ÉCROUISSAGE EXAMEN AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION

L'observation au microscope optique des éprouvettes de zirconium après traction à température ambiante montre que la déformation a lieu uniquement par glissement prismatique. Il n'intervient pas de déformation par macles. Par contre, l'examen du titane après traction révèle une déformation de caractère plus complexe et notamment une contribution importante du maillage $\{10\bar{1}2\}$.

Nous avons donc fait des observations au microscope électronique en transmission sur lames minces, en vue d'étudier la répartition des dislocations créées lors de la déformation par traction et de déterminer les densités de dislocations. Ces examens ont été effectués à l'aide d'un microscope électronique OPL-SOPELEM sous une tension d'accélération des électrons de 100 kV.

3.1. - Méthodes d'amincissement

3.1.1. - Cas du zirconium.

Un amincissement chimique préliminaire est effectué dans un bain de polissage à 10 % HF et 90 % HNO₃ jusqu'à atteindre des épaisseurs voisines de 0,03 mm. Après rinçage et séchage de l'échantillon, l'amincissement est poursuivi dans un bain électrolytique dont la composition est la suivante :

— alcool éthylique 700 cm³, eau distillée 120 cm³;

— éther monobutylique de l'éthylène glycol 100 cm³;

— acide perchlorique ($d = 1,54$) 70 cm³.

Le bain est maintenu à la température de $+ 65^\circ \text{C}$.

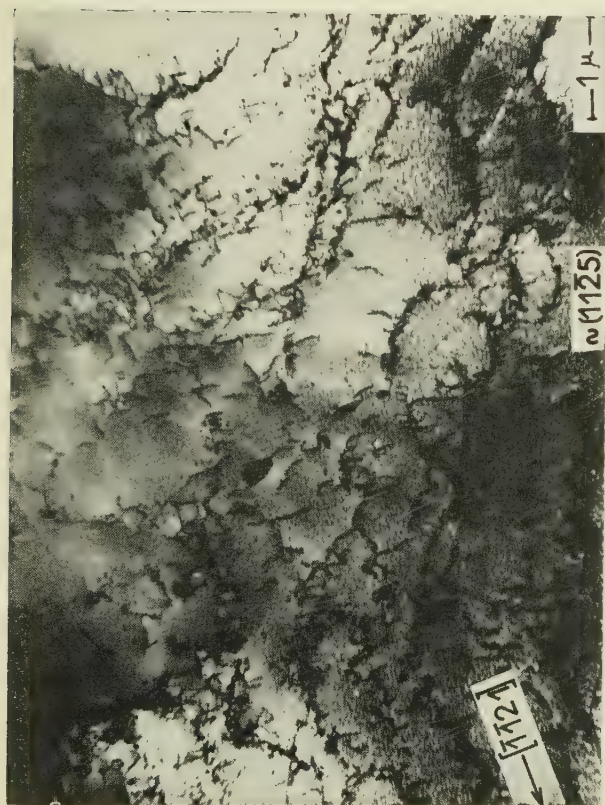


Fig. 45
Microscopie électronique,
zirconium déformé de 5 % par traction.



Fig. 46
Microscopie électronique,
zirconium déformé de 7 % par traction.

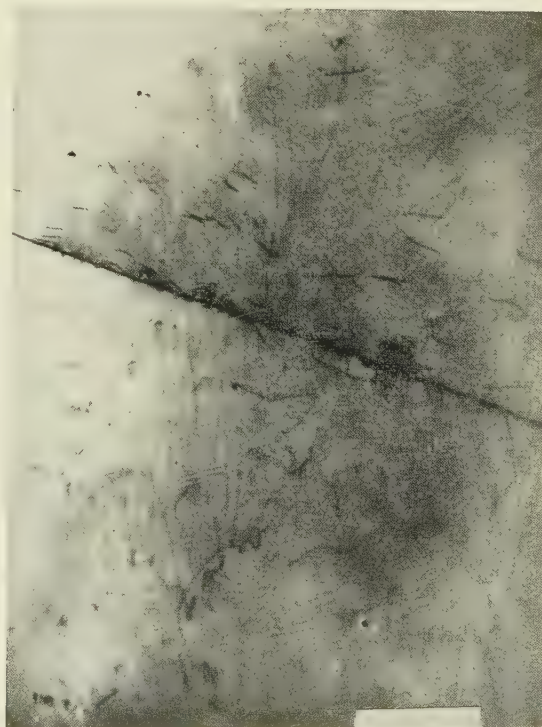


Fig. 47
Microscopie électronique,
titane déformé de 1 % par traction : repère de 1 μ.



Fig. 48
Microscopie électronique de titane déformé
de 5 % par traction.

L'échantillon pris dans une pince en zirconium constitue l'anode. La cathode est en acier inoxydable et une différence de potentiel de 25 à 35 V est établie. Cette méthode d'amincissement a été préconisée par Pollard⁵³.

3.1.2. - Cas du titane.

En vue de leur observation en transmission au microscope électronique, les éprouvettes sont amincies par polissage chimique jusqu'à l'apparition de trous ou de découpures sur l'échantillon. La composition du bain chimique que nous avons mis au point est : 47 % HF ($d = 1,14$), 47 % H₂SO₄ ($d = 1,83$), 6 % HNO₃ ($d = 1,33$). La réaction doit être contrôlée afin d'éviter tout échauffement. Les échantillons sont sortis rapidement du bain, plongés dans l'acide nitrique pur et rincés à l'eau distillée. L'amincissement ainsi obtenu est assez régulier et permet d'obtenir des surfaces transparentes aux électrons de dimensions importantes⁵⁴.

3.2. - Observations au microscope électronique de la structure écrouie

Les dislocations que l'on observe résultent du glissement prismatique. Ce sont des dislocations parfaites de vecteur de Burgers $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$.

L'évolution de la structure du zirconium, au cours de la déformation par traction est la suivante : la création d'écheveaux de dislocations résultant de l'enchevêtrement des dislocations se manifeste à partir des taux d'allongement de 3 à 4 %. Puis ces écheveaux, en se multipliant, commencent à créer au sein du métal un réseau qui constitue l'amorce de la structure cellulaire d'écrouissage. Pour les taux élevés de déformation et jusqu'à la rupture (qui se produit pour un allongement de l'ordre de 25 % pour le zirconium et 40 % pour le titane), les parois de la structure cellulaire s'affinent alors que, simultanément, la désorientation entre sous-blocs augmente. Ces observations sont identiques à celles effectuées par Pollard^{53, 55}. Les figures 45 et 46 illustrent, à titre d'exemple, le mode de répartition des dislocations pour des taux d'allongement de 5 à 7 %.

Les aspects du titane, après traction, en microscopie électronique en transmission, sont

illustrés par les figures 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54. Sur la figure 47, correspondant au début de la déformation on n'observe que quelques dislocations courtes et isolées (on notera l'empilement de dislocations sur un joint de grain). Les micrographies des figures 48 et 49 relatives à un taux de traction de 5 % ont des aspects similaires à ceux rencontrés dans le cas du zirconium pour un même taux de déformation (cf. fig. 45 et 46). Les dislocations se présentent, en effet, sous la forme d'arcs relativement courts, lorsqu'elles sont associées au glissement prismatique (les plans de glissement du type $\{1010\}$ sont, du fait de la texture des tôles laminées recuites, assez fortement inclinés sur la surface). De même, on note pour le titane, le début de formation d'écheveaux de dislocations pour des taux d'allongement de l'ordre de 5 % (fig. 49). Cependant, une particularité propre au titane déformé par traction est la présence sur certaines plages d'un nombre relativement élevé de petites boucles de dislocations (fig. 50) que l'on n'observe pas dans le cas du zirconium, ainsi que de dipôles. La figure 51 fournit un exemple de dislocations « vues en bout » qui donnent lieu à un effet de contraste caractéristique. On note, dans le cas du titane, assez fréquemment la présence de macles, au sein desquelles on observe une grande densité de dislocations. La figure 52 en donne un exemple. Il s'agit de petites macles $\{10\bar{1}2\}$ et l'on remarquera la concentration de dislocations au voisinage des extrémités de ces macles, résultant d'une déformation plastique localisée qui relâche les contraintes.

A la rupture, qui correspond à un taux d'allongement de l'ordre de 44 % (fig. 53 et 54), les cellules d'écrouissage sont bien formées. Les parois se sont affinées et sont riches en dislocations. Les sous-blocs eux-mêmes contiennent une densité de dislocations notable. Sur la figure 54 une macle oblique traverse la matrice.

3.3. - Détermination des densités de dislocations

Les mesures de densité de dislocations pour chaque taux de traction ont été effectuées par la méthode Smith et Guttman⁵⁶, sur un minimum de dix plages différentes correspondant à des lames minces différentes : on trace sur la photographie de grossissement G, deux faisceaux de droites perpendiculaires uniformément réparties de longueur totale L. Si n est

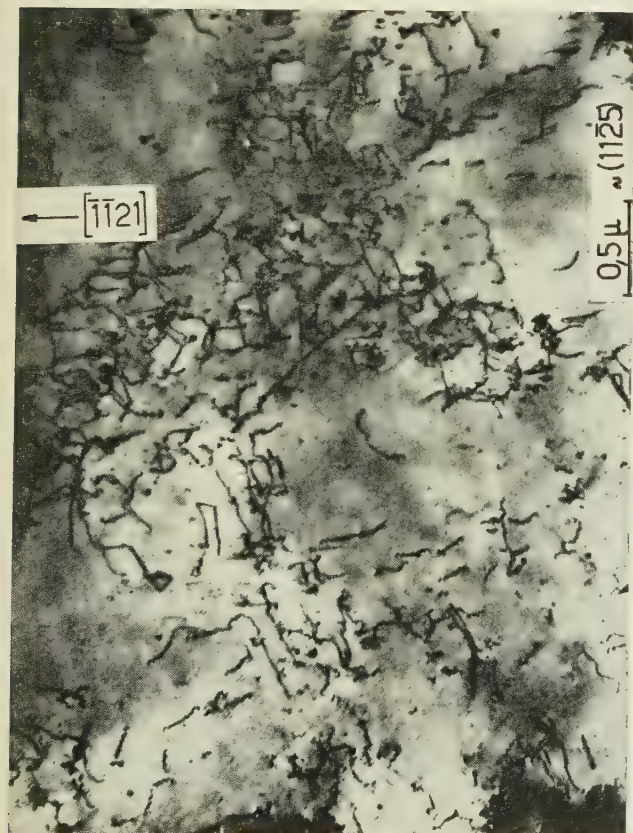


Fig. 49

Microscopie électronique de titane déformé
de 5 % par traction.



Fig. 50

Microscopie électronique de titane déformé
de 5 % par traction.

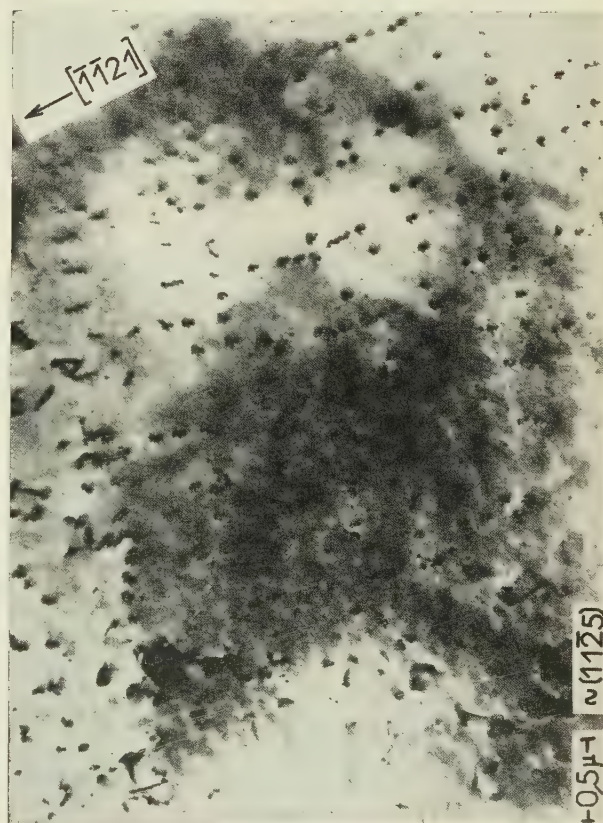


Fig. 51

Microscopie électronique de titane déformé
de 5 % par traction.



Fig. 52

Microscopie électronique de titane déformé
de 15 % par traction.

le nombre d'intersection des droites tracées et des lignes de dislocations et e l'épaisseur de la lame, on a :
$$N = \frac{2 n G}{L e}.$$

L'épaisseur des lames examinées était d'environ 2 000 Å pour le zirconium et de 3 000 Å pour le titane.

Ces déterminations sur échantillons amincis ne fournissent pas obligatoirement les valeurs des densités de dislocations à l'état massif. Une portion notable de dislocations est susceptible de s'éliminer durant l'amincissement comme Ham l'a montré⁵⁷.

Les mesures de densités de dislocations N furent effectuées *dans le cas du zirconium*, jusqu'à des taux d'allongement de 7 %, car au delà les dislocations sont, pour une part notable, groupées en échevaux et les déterminations deviennent alors très difficiles. La figure 55 montre que, compte tenu de la dispersion inhérente à la méthode, une corrélation linéaire peut être établie entre la densité N (exprimée en m^{-2}) et l'allongement rationnel ε . Elle se traduit par l'expression :
$$N = 4,35 \cdot 10^{14} \varepsilon.$$

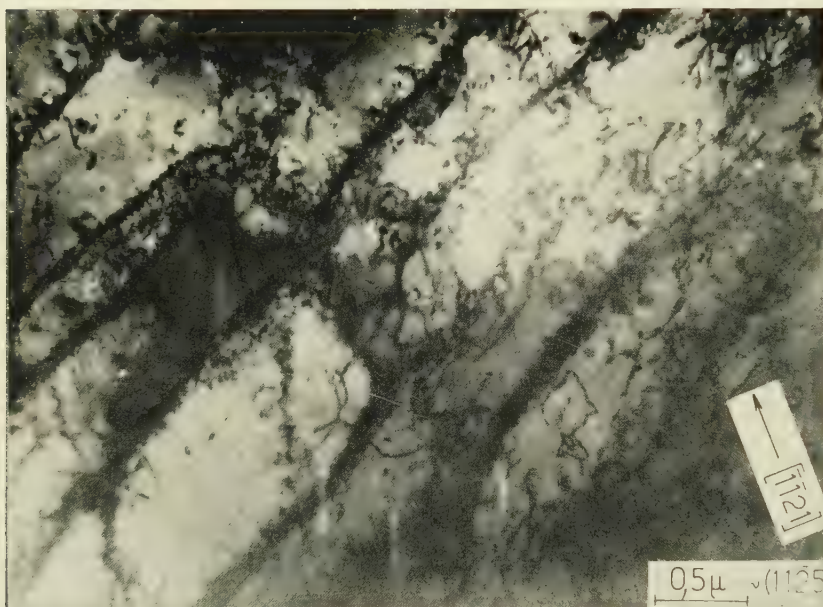


FIG. 53

Microscopie électronique
de titane déformé de 44 %
par traction (rupture).

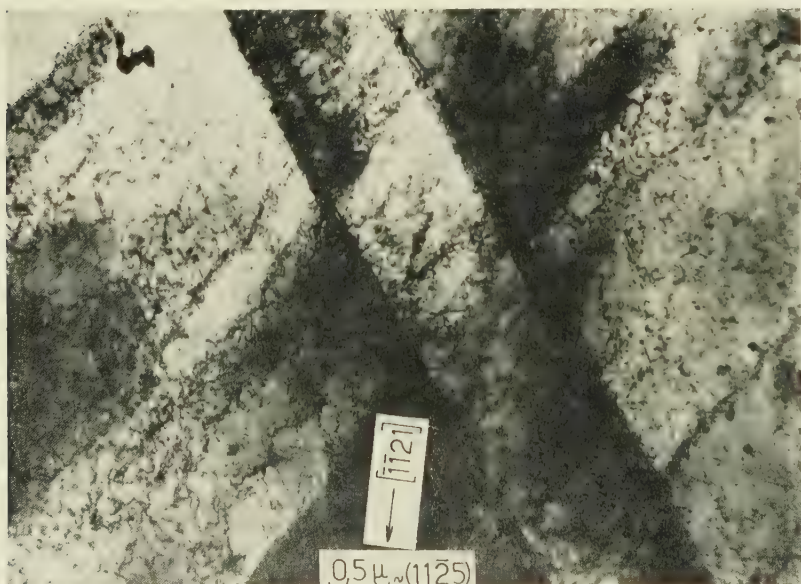


FIG. 54

Microscopie électronique
de titane déformé de 44 %
par traction (rupture).

Pour le titane, les mesures de densité furent limitées au cas de deux taux d'allongement ($\varepsilon = 0,05$ et $0,063$). Elles conduisent à des résultats compatibles, nous permettant d'admettre qu'une relation de proportionnalité existe également entre la densité N et l'allongement rationnel ε : $N = 5,2 \cdot 10^{14} \varepsilon$.

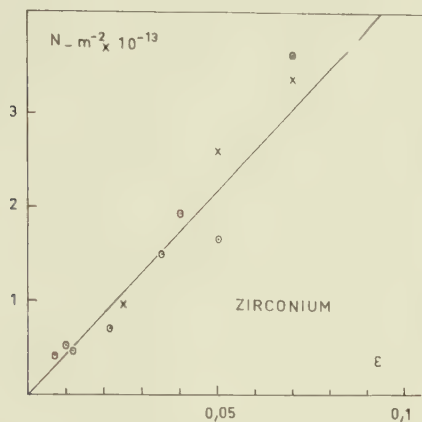


FIG. 55

Augmentation de la densité de dislocations du zirconium en fonction de l'allongement rationnel.

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Jones et Conrad⁵⁸ qui ont étudié l'influence de la taille du grain sur la relation $N = f(\varepsilon)$, dans le cas du titane pur.

Nous pouvons donc déduire des relations précédentes, compte tenu des restrictions faites sur la précision des résultats, une relation de proportionnalité entre l'augmentation de résistivité observée pour le zirconium et la densité de dislocations introduites par traction :

$$\frac{\Delta\rho}{N} \text{ 20 K} = 6,20 \cdot 10^{-24} \text{ } (\Omega \cdot m^3)$$

D'une manière similaire, l'influence spécifique d'une dislocation unité sur la résistivité résiduelle du titane se déduit des résultats obtenus :

$$\frac{\Delta\rho}{N} \text{ 20 K} = 14,6 \cdot 10^{-24} \text{ } \Omega \cdot m^3$$

En conclusion, la déformation par traction à température ambiante introduit, dans le zirconium et dans le titane, pour un taux d'allongement identique, des densités de dislocations très voisines. Par ailleurs, la contribution d'une dislocation unité à la résistivité électrique résiduelle paraît être, pour ces deux métaux hexagonaux, relativement élevée, si

l'on compare les valeurs de $\Delta\rho/N$ ici trouvées à celles habituellement admises pour les métaux cubiques à faces centrées (Cu, Ag, Au, Al)⁵⁹. Cette constatation est en accord avec des observations de Basinski⁵⁹. Cet auteur calcule, sur la base d'un modèle théorique, pour le zirconium une contribution :

$$\frac{\Delta\rho}{N} = 8,6 \cdot 10^{-24} \text{ } (\Omega \cdot m^3)$$

Du point de vue ordre de grandeur ceci est compatible avec la valeur que nous présentons.

4. — RELATION ENTRE LA CONTRAINTE DE DÉFORMATION ET LA DENSITÉ DE DISLOCATIONS

Il est intéressant de chercher à relier les résultats précédents concernant l'augmentation de résistivité $\Delta\rho$ et l'augmentation de la densité de dislocations N aux caractéristiques mécaniques présentées à la traction par le zirconium et le titane.

Comme nous l'avons vu au chapitre précédent, la contrainte vraie appliquée σ varie en fonction de l'allongement rationnel ε selon une expression de la forme :

$$\sigma = \sigma_0 + K \varepsilon^n$$

A la température ambiante, et pour des éprouvettes de titane ou de zirconium découpées parallèlement à la direction de laminage, n est de l'ordre de $1/2$. Compte tenu des relations de proportionnalité existant entre la densité de dislocations N , l'augmentation de résistivité $\Delta\rho$ et l'allongement ε , on est amené à conclure que la contrainte d'écoulement σ croît comme la racine carrée de la densité de dislocations (ou de l'augmentation de résistivité) :

$$\sigma = \sigma_0 + K' N^{1/2}$$

Cette relation est prévue par la plupart des théories du durcissement :

$$\sigma = \sigma_F + \alpha E b N^{1/2}$$

où σ_F est la contrainte de friction,

E le module d'Young,

b le vecteur de Burgers des dislocations,

α une constante qui dépend des caractéristiques du mécanisme de durcissement.

5. — DÉFORMATION DU TITANE PAR LAMINAGE A TEMPÉRATURE AMBIANTE

L'augmentation de résistivité résiduelle $\Delta\rho_{20\text{ K}}$, résultant d'un écrouissage par laminage a été mesurée en fonction du taux de déformation :

$$\varepsilon = \text{Log} \frac{e_0}{e}$$

où e_0 représente l'épaisseur initiale. Les résultats sont présentés sur la figure 56 où a été reportée également, à titre de comparaison, la courbe de variation de $\Delta\rho$ en traction de la figure 44.

Dans la mesure où l'augmentation de résistivité observée est due essentiellement à la création de dislocations et dans la mesure où la relation $\Delta\rho = 14,6 \cdot 10^{-24} N$ établie dans le cas de la traction reste valable pour des écrouissages élevés, il est possible de calculer des densités de dislocations ainsi créées par le laminage. Les valeurs obtenues sont reportées tableau XI. Aqua et Owens⁶⁰ dans une étude de la déformation par laminage de zircaloy 4, déduisaient des valeurs de densités de dislocations de l'élargissement des raies de dif-

TABLEAU XI

*Densités de dislocations créées par laminage
dans le titane ou le zircaloy 4*

% de réduction en section	TITANE		ZIRCALOY 4 N^{**} calculé (m^{-2})
	$\Delta\rho$ mesuré (Ωm)	N^* calculé (m^{-2})	
5	$1,45 \cdot 10^{-9}$	$1 \cdot 10^{14}$	$3,3 \cdot 10^{14}$
10	$2,58 \cdot 10^{-9}$	$1,77 \cdot 10^{14}$	$6,3 \cdot 10^{14}$
20	$4,56 \cdot 10^{-9}$	$3,12 \cdot 10^{14}$	$6,8 \cdot 10^{14}$
50	$8,50 \cdot 10^{-9}$	$5,82 \cdot 10^{14}$	$8,2 \cdot 10^{14}$
90	$16,3 \cdot 10^{-9}$	$11,85 \cdot 10^{14}$	

* Valeurs calculées à l'aide de la relation

$$\Delta\rho = 14,6 \cdot 10^{-24} N.$$

** Valeurs calculées par Aqua et Owens d'après l'élargissement observé des raies de diffraction.

fraction X. Si l'on compare les résultats obtenus pour le titane et le zircaloy, par des méthodes très différentes, on constate un accord très satisfaisant du point de vue ordre de grandeur.

La considération de la figure 56 montre également que la déformation par laminage entraîne pour un même taux de déformation une augmentation de résistivité plus élevée que par traction (dans le rapport de 2 à 1). Ce résultat est conforme aux observations récentes de Renucci⁶¹ dans le cas du zirconium.

Au microscope optique la comparaison des aspects structuraux du titane déformé par laminage ou traction à un même taux de déformation (fig. 57 et 58) montre que la structure du métal est beaucoup plus sévèrement altérée par laminage. Ce dernier mode de déformation donne lieu à une répartition de contraintes complexes (qui peuvent se décomposer en première approximation en une composante de traction et une composante de compression) qui entraîne la mise en jeu simultanée des divers modes possibles de déformation par glissement et maclage du titane. L'augmentation rapide de la densité de dislocations que l'on observe dans le cas du laminage résulterait de cette intervention simultanée des divers modes de déformation.

Nos observations au microscope électronique sur des monocristaux ou des polycristaux de titane déformés par traction montrent que les régions maclées présentent des densités de dislocations très élevées, supérieures à celle de la matrice, comme l'illustre la figure 59 (maclé) du type {1012}.

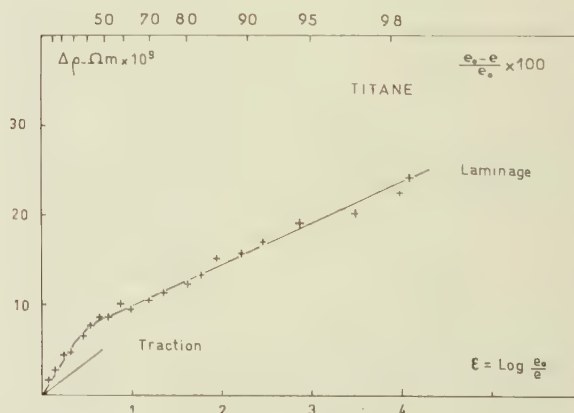


FIG. 56

Augmentation de la résistivité électrique à 20 K du titane laminé en fonction du taux de déformation rationnel ε .



Fig. 57

Titane déformé de 35 % par traction
 $\varepsilon = 0,3$ (lumière polarisée). Repère de 100 μ .

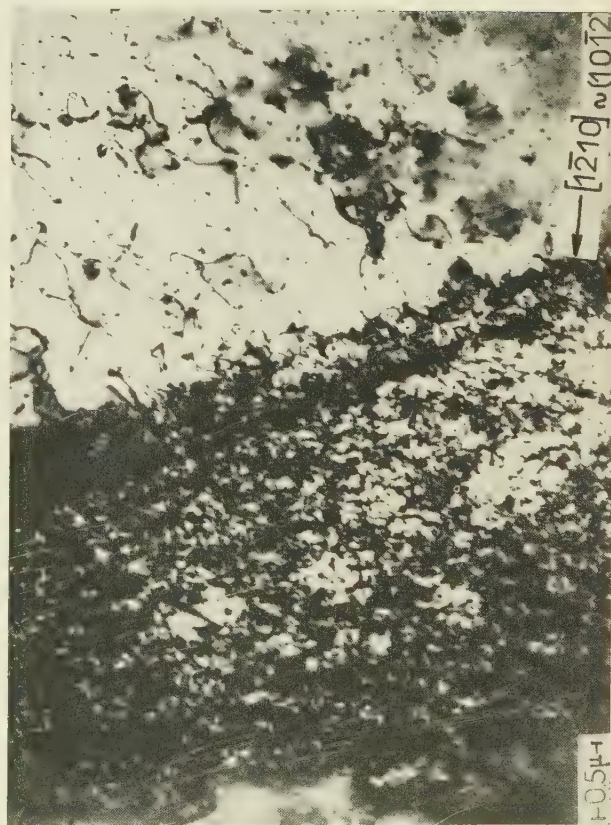


Fig. 59

Microscopie électronique, monocristal de titane
 déformé par traction de 6 %. Macle (1012),
 à gauche, matrice à droite.



Fig. 58

Titane laminé à un taux de réduction en section
 de 26 %, $\varepsilon = 0,3$ (lumière polarisée).
 Repère de 100 μ .

Conclusion

CHAPITRE I

Les propriétés mécaniques et physiques du titane ont été étudiées dans le cas de quatre nuances de puretés différentes. Deux nuances de titane commercial (correspondant aux normes T_{40} et T_{35}) et deux nuances beaucoup plus pures de titane électrolytique, refondu par bombardement d'électrons.

Pour des degrés de pureté croissants on note une augmentation importante de la ductilité, de la grosseur du grain à l'état recuit et une diminution très nette de la microdureté et de la résistivité électrique à basse température (20 K).

La restauration et la recristallisation du titane écroui par laminage ont été étudiées en suivant, en fonction de la température de recuit (recuits de 1 h), la variation de la résistivité électrique à 20 K, de la dureté Vickers et de l'élargissement des raies de diffraction X.

On observe sur ces phénomènes une influence importante de la pureté. Le titane le plus pur utilisé recristallise dès la température de 350 °C (température de fin de recristallisation).

CHAPITRE II

L'étude de la déformation par traction de monocristaux de titane montre que deux modes de déformation principaux peuvent intervenir. Ce sont le glissement prismatique $\{10\bar{1}0\} <11\bar{2}0>$ et le maclage $\{10\bar{1}2\}$. Lorsque l'orientation de l'axe de traction est éloignée de la direction $[0001]$ du cristal, la déformation se fait *uniquement* par glissement prismatique.

Le glissement prismatique devient d'autant plus difficile que la direction de traction est plus proche de l'axe sénair $[0001]$. Le relâchement de la contrainte s'effectue alors par maclage $\{10\bar{1}2\}$, puis par glissement prismatique au sein des macles formées, car leur orientation est alors favorable à ce mode de déformation.

Le glissement basal n'a jamais été observé dans nos expériences, même dans le cas où l'orientation initiale des cristaux était favorable à la mise en jeu de ce mode de déformation.

CHAPITRE III

1) La contrainte critique de cisaillement nécessaire à la mise en jeu du glissement prismatique est à température ambiante de 5,5 kg/mm² pour le titane nuance B et de 2,5 kg/mm² pour la nuance la plus pure utilisée (titane C).

Cette contrainte critique décroît régulièrement lorsque la température s'élève, dans le domaine de température étudié entre 77 K et 473 K. Cette décroissance est d'autant plus marquée que le métal est moins pur. La sensibilité de la contrainte à la vitesse de traction est d'autant plus faible que le métal est plus pur.

2) Les essais de traction effectués à différentes températures et à différentes vitesses sur des monocristaux se déformant par glissement simple ont permis de déterminer le volume d'activation et l'enthalpie d'activation associés au glissement prismatique.

Le volume d'activation croît linéairement en fonction de la température et d'autant plus vite que le métal est plus pur.

L'enthalpie apparente d'activation varie linéairement avec la température, ce qui indique que, dans le domaine de températures considéré, un seul mécanisme thermiquement activé est responsable du freinage des dislocations en mouvement.

On peut envisager différents mécanismes susceptibles de contrôler la cinétique de déformation : le franchissement des « barrières de Peierls », l'intersection de la « forêt » de dislocations par les dislocations en mouvement, le glissement dévié, les interactions entre dislocations et impuretés. Les volumes et enthalpies apparents d'activation, obtenus par l'expérience, ne semblent pas être compatibles avec les trois premiers mécanismes envisagés : le facteur essentiel qui limite la vitesse de déplacement des dislocations, mises en jeu par le glissement prismatique, serait les interactions entre ces dislocations mobiles et les impuretés interstitielles.

CHAPITRE IV

1) Les orientations préférentielles créées par le laminage et les recuits de tôles de titane présentent une similitude assez étroite avec celles observées dans le cas du zirconium. La

dispersion des orientations est cependant plus marquée dans le cas du titane. La texture de laminage correspond au parallélisme entre la direction $[1010]$ et la direction de laminage, le plan de base (0001) étant incliné sur le plan de laminage de 35° dans le cas du titane, de 32° dans le cas du zirconium.

A l'état recuit, la direction cristallographique parallèle à la direction de laminage est mal définie dans le cas du titane : après recristallisation, l'orientation préférentielle des grains correspond à un mélange des deux textures « idéales », texture « idéale » de laminage (c'est-à-dire direction $[1010]$ parallèle à la direction de laminage) et texture « idéale » de recuit (c'est-à-dire direction $[11\bar{2}0]$ parallèle à la direction de laminage).

De ces orientations préférentielles résultent une anisotropie des propriétés mécaniques des tôles de zirconium et de titane.

La contrainte d'écoulement, pour un allongement donné, est, à l'état recuit, toujours plus faible selon la direction de laminage que selon la direction transverse. La ductilité est toujours supérieure selon la direction de laminage.

2) Les courbes de traction du zirconium ou du titane polycristallins peuvent être représentées par une équation de la forme :

$$\sigma = \sigma_0 + K \varepsilon^n$$

où ε est l'allongement rationnel, σ la contrainte vraie, σ_0 la limite élastique et n un exposant, le facteur de consolidation. A température ambiante, la valeur de l'exposant n est de l'ordre de 0,5 pour les deux métaux (durcissement parabolique).

3) La déformation par traction se fait principalement par glissement prismatique. La contribution du maillage est d'autant plus importante que la température d'essai est plus basse. Elle est plus marquée pour le titane que pour le zirconium, plus importante pour des

éprouvettes prélevées selon la direction transverse que pour des éprouvettes prélevées selon la direction de laminage.

CHAPITRE V

1) L'évolution structurale de ces métaux au cours de la déformation par traction a été suivie par microscopie électronique en transmission. On observe à partir des taux d'allongement de 3 à 4 % la formation d'écheveaux de dislocations. Puis ces écheveaux, en se multipliant, commencent à créer, au sein du métal, un réseau qui amorce la structure cellulaire d'écrouissage. Pour les taux de déformation et jusqu'à la rupture, les parois de la structure cellulaire se précisent, s'affinent alors que simultanément la désorientation entre sous-blocs augmente. Les aspects présentés par le zirconium et le titane sont très similaires.

2) Les densités de dislocations introduites par traction ont été mesurées sur les micrographies électroniques. Les valeurs, correspondant à un même taux d'allongement sont très voisines pour les deux métaux. La densité de dislocation croît linéairement en fonction de l'allongement rationnel.

3) L'augmentation de la résistivité électrique résiduelle $\Delta\rho$ résultant d'une déformation par traction à température ambiante varie linéairement en fonction de l'allongement rationnel ainsi qu'avec la densité de dislocations.

4) A température ambiante, la contrainte d'écoulement croît comme la racine carrée de la densité de dislocations.

5) La déformation du titane par laminage entraîne, pour un taux de déformation donné, une augmentation de résistivité plus forte que par traction. Le laminage introduirait, en effet, un nombre de dislocations plus élevé par suite d'une intervention très importante des différents modes de maillage.

BIBLIOGRAPHIE

1. L. RENUCCI, J.-P. LANGERON et P. LEHR. — *Mém. Sc. Rev. Métal.*, 58, 9 (1961), p. 699.
2. L. RENUCCI. — Thèse (1968), *Ann. Chim.*, t. 3 (1968), p. 425.
3. C. BREHM, J.-P. GUÉRILLON et P. LEHR. — *C. R. Acad. Sc. Paris*, série C 267 (1968), p. 293.
4. J.-C. COLIN et P. LEHR. — 9^e Colloque de Métallurgie, Saclay (1965), p. 77.
5. HSUN HU et R. S. CLINE. — *Trans. AIME*, 242 (1968), p. 1013.
6. E. J. RAPPERPORT. — *Acta Met.*, 3 (1955), p. 208, et *Acta Met.*, 7 (1959), p. 254.
7. E. J. RAPPERPORT et C. S. HARTLEY. — *Trans. AIME*, 218 (1960), p. 869.
8. Y. N. SOKURSKII et L. N. PROTSENKO. — *Soviet At Energy*, 4 (1958), p. 579.
9. H. DEMARS. — « Etude expérimentale et interprétation théorique des textures du zirconium et de leur influence sur les propriétés mécaniques. » Thèse, Université de Paris (1963).
10. C. KITTEL. — « Théorie quantitative du Solide. » Dunod (1967).
11. W. TYSON. — *Acta Met.*, 15 (1967), p. 574.
12. B. CHALMERS et V. MARTINS. — *Proc. Roy. Soc.*, A 213 (1952), p. 175.
13. F. D. ROSI, C. A. DUBE, B. H. ALEXANDER. — *J. of Metals* (fév. 1953), p. 257.
14. J. D. ESHELBY. — *Phil. Mag.* 40 (1949), p. 903.
15. J. D. ESHELBY, W. T. READ et W. SCHOCHLEY. — *Acta Met.*, 1 (1953), p. 251.
16. A. J. E. FOREMAN. — *Acta Met.*, 3 (1955), p. 322.
17. SCHMID et BOAS. — « Plasticity of Crystals » (Hughes and Co, Londres, 1950).
18. R. E. REED HILL. — « Deformation twinning » (Gordon and Breach Science Publishers), 1963, p. 295.
19. A. GUINIER et J. TENNEVIN. — *Acta Cryst.*, 2 (1949), p. 133.
20. B. JAOUËL. — « Etude de la plasticité et application aux métaux. » (Dunod, Paris, 1965.)
21. E. A. ANDERSON, D. C. JILLSON et R. S. DUNBAR. — *Trans. AIME* (sept. 1953), p. 1191.
22. A. T. CHURCHMAN. — *Proc. Roy. Soc.*, Londres, série A 226 (1954), p. 216.
23. E. D. LEVINE. — *Trans. AIME*, 236 (1966), p. 1558.
24. H. CONRAD. — *J. Iron and Steel Inst.* (août 1961), p. 364.
25. H. CONRAD et G. SCHOCK. — *Acta Met.*, 8 (1960), p. 791.

26. H. CONRAD. — *Phil. Mag.*, 5 (1960), p. 745.
27. H. CONRAD et S. FREDERICH. — *Acta Met.*, 10 (1962), p. 1013.
28. K. R. EVANS. — *Trans. AIME*, 242 (1968), p. 649.
29. J. LOTHE et J.-P. HIRTH. — *Phys. Rev.*, 115 (1955), p. 543.
30. P. WARD FLYNN, J. MOTE et J. E. DORN. — *Trans. AIME*, 221 (1961), p. 1148.
31. Z. S. BASINSKI. — *Phil. Mag.*, 4 (1959), p. 393.
32. FRIEDEL. — « Dislocations », Pergamon-Press (1964) et « Internal Stress and Fatigue », Elsevier, Amsterdam (1959), p. 220.
33. H. CONRAD. — *Acta Met.*, 14 (1966), p. 1631.
34. P. SOO et G. T. HIGGINS. — *Acta Met.*, 16 (1968), p. 177.
35. W. G. BURGERS et F. M. JACOBS. — *Metallwirtschaft*, 14 (1935), p. 285.
36. R. K. McGEARY et B. LUSTMAN. — *J. Metals*, 3 (1951), p. 994, et *J. Metals*, 5 (1953), p. 284.
37. J. H. KEELER, W. R. HIBBARDS et B. F. DECKER. — *J. Metals*, 5 (1953), p. 932.
38. J. H. KEELER, A. G. GEISLER. — *J. Metals*, 7 (1955), p. 395.
39. H. DEMARS et P. LEHR. — *C. R. Acad. Sc.*, Paris, 253 (1961), p. 2688.
40. M. BILLION et J.-P. LANGERON. — 9^e Colloque de Métallurgie. Saclay (1965), p. 97.
41. H. T. CLARK. — *Trans. AIME*, 188 (1950), p. 1154.
42. C. J. McHARGNE et J.-P. HAMMOND. — *Trans. AIME*, 197 (1953), p. 57.
43. D. N. WILLIAMS et D. S. EPPELSHEIMER. — *Trans. AIME*, 197 (1953), p. 1378.
44. J. H. KEELER, A. H. GEISLER. — *Trans. AIME*, 206 (1956), p. 80.
45. E. VOCE. — *Metallurgia*, 51 (mai 1955), p. 219.
46. R. E. REED-HILL. — Deformation Twinning Met. Soc. Conferences, vol. 25, p. 295. (Gordon and Breach Science Publishers, N.-Y.).
47. H. DEMARS et P. LEHR. — *C. R. Acad. Sc.*, Paris, 254 (1962), p. 1630.
48. R. J. WASILEWSKI. — *Trans. AIME*, 56 (1963), p. 221.
49. C. BREHM et P. LEHR. — *C. R. Acad. Sc.*, Paris, 265 (1967), p. 974.
50. C. BREHM et P. LEHR. — *Mém. Sc. Rev. Métal.*, 65 (1968), p. 275.
51. T. G. BERLINCOURT. — *Phys. Rev.*, 127 (1962), p. 170.
52. McQUILLAN et S. L. ALMES. — *Acta Met.*, 4 (1956), p. 619.
53. J. POLLARD. — Thèse, 3^e cycle, Paris, 1966.
54. C. BREHM et P. LEHR. — *C. R. Acad. Sc.*, Paris, 264 (1967), p. 668.
55. J. POLLARD, Mme RZEPSKI et P. LEHR. — 9^e Colloque de Métallurgie, Saclay (1965), p. 123. *Mém. Sc. Rev. Métal.*, 63, n° 5 (1966), p. 473.
56. C. E. SMITH et L. GUTMANN. — *Trans. AIME*, 197 (1953), p. 81.
57. R. K. HAM. — *Phil. Mag.*, 6 (1961), p. 1183.
58. R. L. JONES et H. CONRAD. — Communication faite au 97th annual meeting TMS-AIME (1968).
59. Z. BASINSKI, J. S. DUGDALE et A. HOWIE. — *Phil. Mag.*, 8 (1963), p. 1989.
60. E. N. AQUA et C. M. OWENS. — *Trans. Met. Soc. AIME*, 239 (1967), p. 155.
61. L. RENUCCI et J.-P. LANGERON. — *C. R. Acad. Sc.*, Paris, 264 (1967), p. 954.

Extrait de " Métaux, Corrosion, Industrie ", n°s 551/552, juillet-août 1971,
553, septembre 1971, 554, octobre 1971
